



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

METALOGRAFIE KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ

METHALLOGRAPHY OF STAINLESS STEELS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

MICHAELA KRYSTÝNOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MARTIN ZMRZLÝ, Ph.D.

BRNO 2014



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání bakalářské práce

Číslo bakalářské práce:	FCH-BAK0762/2013	Akademický rok: 2013/2014
Ústav:	Ústav chemie materiálů	
Student(ka):	Michaela Krystýnová	
Studijní program:	Chemie a chemické technologie (B2801)	
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808R016)	
Vedoucí práce	Ing. Martin Zmrzlý, Ph.D.	
Konzultanti:	Ing. Jakub Tkacz, Ph.D.	

Název bakalářské práce:

Metalografie korozivzdorných ocelí

Zadání bakalářské práce:

Shrnutí problematiky výzkumu struktury korozivzdorných ocelí.
Užitné vlastnosti ocelí a jejich testování.

Termín odevzdání bakalářské práce: 23.5.2014

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu bakalářské práce. Toto zadání je přílohou bakalářské práce.

Michaela Krystýnová
Student(ka)

Ing. Martin Zmrzlý, Ph.D.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 31.1.2014

prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá metalografií korozivzdorných ocelí. V úvodu teoretické části je krátce shrnuta historie metalografie. Následně jsou zde shrnuty základní poznatky o metalografii, způsobu a metodách přípravy vzorků pro následnou analýzu struktury. Jsou zde také rekapitulovány metody pro zkoumání makrostruktury a mikrostruktury materiálů se zvláštním zaměřením na korozivzdorné oceli. V rešeršní části jsou shrnuty nejnovější poznatky týkající se studování struktury materiálů metodami metalografie. Úkolem praktické části bylo nalézt vhodné složení leptadla pro vyvolání struktury korozivzdorných ocelí, aby bylo dosaženo kvalitních a hlavně reprodukovatelných výsledků.

ABSTRACT

This thesis deals with metallography of stainless steels. At the beginning of theoretical part the history of metallography is shortly summarized. Then the basic knowledge about metallography, ways and methods of preparing samples for subsequent analysis of structure are resumed. There are also summarized methods for examining the macrostructure and microstructure of materials with a particular focus on stainless steels. The literary-search section summarizes recent advances in the study of the structure of materials using methods of metallography. The task of the study was to find suitable composition of etchant to reveal the structure of stainless steels in order to achieve high quality and especially reproducible results.

KLÍČOVÁ SLOVA

Korozivzdorné oceli, metalografie, leptadlo, vyvolání struktury.

KEYWORDS

Stainless steels, metallography, etchant, revealing structure.

KRYSTÝNOVÁ, M. *Metalografie korozivzdorných ocelí*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2014. 75 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Martin Zmrzlý, Ph.D..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně, a že všechny použité literární zdroje jsem citovala správně a úplně. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

Poděkování:

Děkuji Ing. Martinu Zmrzlému, PhD. za odborné rady a pomoc při tvorbě této práce. Chtěla bych poděkovat také Ing. Jakubu Tkaczovi za cenné rady a odborný dohled. V neposlední řadě bych ráda poděkovala Ing. Tomáši Chárovi za užitečné rady, věcné připomínky a vstřícnost při konzultacích a vypracování bakalářské práce.

OBSAH:

1. ÚVOD.....	7
1.1. VÝZNAM METALOGRAFIE KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ	7
1.2. STRUKTURA KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ.....	7
1.3. HISTORIE METALOGRAFIE	11
2. TEORETICKÁ ČÁST	12
2.1. PŘÍPRAVA METALOGRAFICKÉHO VÝBRUSU	12
2.1.1. Broušení a leštění	13
2.1.2. Elektrolytické leštění.....	15
2.1.2.1. Principy procesu.....	15
2.1.2.2. Vybavení	17
2.2. MAKROSTRUKTURA	18
2.2.1. Leptání makrostruktury	18
2.2.1.1. Leptání makrostruktury roztoky kyselin	19
2.2.1.2. Leptadla s obsahem mědi pro vyvolání primární struktury	19
2.2.1.3. Leptadla pro vyvolání deformace struktury	19
2.3. MIKROSTRUKTURA.....	20
2.3.1. Leptání.....	20
2.3.1.1. Princip	20
2.3.2. Zkoumání struktury korozi vzdorných ocelí	21
2.3.2.1. Základní leptací roztoky pro vyvolání struktury.....	21
2.3.2.2. Povrchové zabarvení ohřevem	22
2.3.2.3. Alkalická kyanoželezitanové činidla.....	22
2.3.2.4. Elektrolytické leptání	23
2.4. SVĚTELNÁ MIKROSKOPIE.....	23
2.4.1. Světelné zdroje	24
2.4.2. Kondenzorový systém.....	24
2.4.3. Světelné filtry	25
2.4.4. Objektiv.....	26
2.4.5. Okulár.....	27
2.4.6. Stativ	27

2.4.7. Pozorovací režimy.....	28
2.4.7.1. Režim tmavého pole.....	28
2.4.7.2. Režim polarizovaného světla	28
2.5. UŽITNÉ VLASTNOSTI OCELÍ A JEJICH TESTOVÁNÍ	29
2.5.1. Testy tvrdosti.....	30
2.5.1.1. Brinellova zkouška.....	30
2.5.1.2. Rockwellova zkouška tvrdosti	30
2.5.1.3. Vickersova zkouška tvrdosti	30
2.5.2. Zkouška tahem	31
3. SOUHRN VÝSLEDKŮ SOUČASNÉHO VÝZKUMU.....	33
4. CÍLE PRÁCE	43
5. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	44
5.1. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL.....	44
5.1.1. Charakterizace materiálu.....	44
5.2. POUŽITÉ CHEMIKÁLIE	45
5.3. PŘÍPRAVA VZORKŮ PŘED LEPTÁNÍM	45
5.4. PŘÍSTROJE	46
5.4.1. Metalografická pila Discotom-6	46
5.4.2. Automatický lis CitoPress-10	46
5.4.3. Metalografická bruska MTH Kompakt 1031	47
5.4.4. Invertovaný světelný mikroskop – ZEISS AXIO OBSERVER Z1m.....	47
5.5. PROVEDENÉ EXPERIMENTY.....	48
6. VÝSLEDKY A DISKUZE	51
7. ZÁVĚR	60
8. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	62
9. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ.....	67
10. PŘÍLOHY	69

1. ÚVOD

1.1. Význam metalografie korozivzdorných ocelí

Metalografie je obecně nauka o vnitřní struktuře kovových materiálů. S vývojem nových materiálů se pole působnosti jejich metod rozšířilo o další materiály, jako jsou keramika nebo polymery. Využití kovových materiálů v konstrukčních a progresivních odvětvích je i přes zvyšující se počet aplikací polymerních materiálů významné a stále se zvyšují nároky na jejich vlastnosti. [1]

Korozivzdorné oceli patří mezi ušlechtilé, legované oceli se zaručeným chemickým složením. Vyrábí se tvářením, litím nebo práškovou metalurgií. Zejména v chemickém průmyslu a energetice je využití korozivzdorných ocelí jako konstrukčního materiálu často jediným možným řešením. Korozivzdorné oceli se aplikují především za účelem zvýšení technických parametrů technologických zařízení, čímž je možné zaručit dlouhodobou životnost a zlepšit bezpečnost provozu. [2]

Vysoce legované oceli mezi, které patří i oceli korozivzdorné lze klasifikovat podle několika různých kritérií. Podle složení, mikrostruktury nebo aplikace. Nejjednodušším způsobem jejich klasifikace je podle chemického složení. Za účelem získání určitých specifických vlastností jsou do železa přidávány různé legující prvky. Legurou rozhodující o zařazení konkrétní oceli do této kategorie je chrom. Dalšími významnými legurami jsou uhlík, mangan, křemík, nikl, molybden, měď, hliník, titan atd. Funkce jednotlivých prvků jsou popsány v teoretické části této bakalářské práce. [3]

Výzkum struktury má nejen teoretický, ale i praktický význam a je základem nauky o kovech. Se znalostí struktury lze hodnotit kvalitu výroby, procesy jejich zpracování nebo posoudit vhodnost materiálu pro jednotlivé aplikace. Metalografie také umožňuje pomocí zkoumání makro- a mikrostruktury a jejich vlivu na mechanické vlastnosti materiálu tyto vlastnosti zlepšit a případně odhalit příčiny selhání v praxi aplikovaného materiálu. [4]

Díky složitosti mikrostruktury korozivzdorných ocelí, která je dána množstvím legujících prvků, je složité najít vhodný postup pro vyvolání struktury. Výzkum struktury jednotlivých druhů korozivzdorných ocelí se vlivem rozdílnosti jejich složení podstatně liší a nelze najít univerzální leptač pro všechny korozivzdorné oceli. Cílem této bakalářské práce bylo podat souhrn informací podstatných pro tuto oblast metalografie a následně optimalizovat postup a upravit složení leptače pro kvalitní a reprodukovatelné naleptání struktury austenitických ocelí DIN 1.4301 a DIN 1.4404¹.

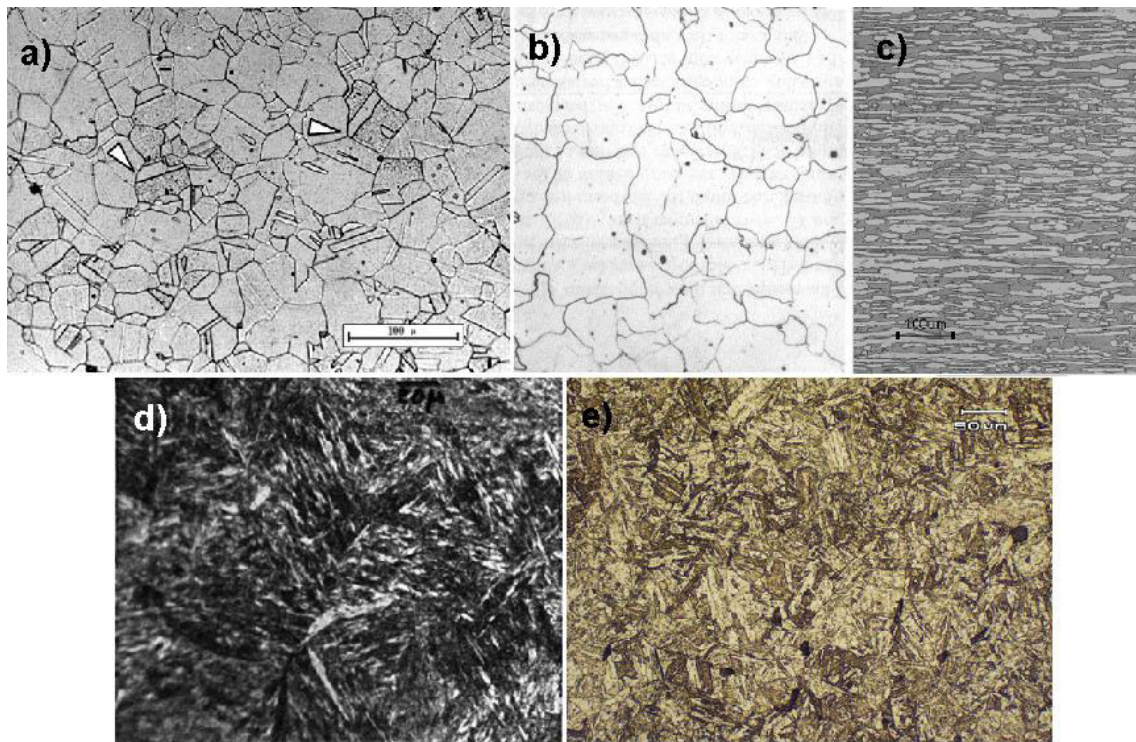
1.2. Struktura korozivzdorných ocelí

Základním experimentálním materiálem používaným při řešení předkládané práce jsou austenitické korozivzdorné oceli DIN 1.4301 a DIN 1.4404. Pro pochopení jejich

¹ Oceli mají ekvivalenty dle ČSN 17 240 resp. 17 349 (ČSN EN 10027-2/42 0928/). [5]

zařazení je třeba alespoň v minimální míře definovat hlavní skupiny korozivzdorných ocelí.

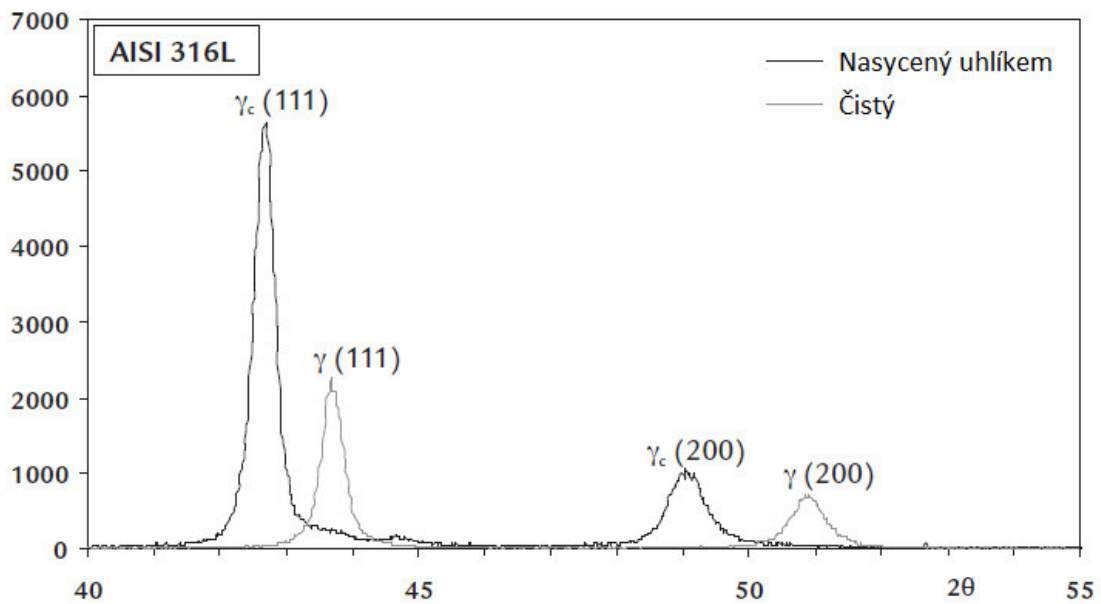
Korozivzdorné oceli můžeme podle typu mikrostruktury rozdělit na austenitické, feritické, austeniticko-feritické a martenzitické, duplexní a precipitačně vytvrzené (Obrázek 1) [6]. Princip odolnosti těchto materiálů elektrochemické atmosférické korozi spočívá v existenci velmi tenké (tloušťka maximálně desítky nanometrů) vrstvy oxidu chromitého. Aby měl oxid ochranné vlastnosti, musí být vrstva souvislá. Tato situace nastává až při určitém obsahu chromu rozpuštěného v krystalové mřížce železa. Obecně je udáváno, že podmínkou korozivzdornosti je obsah chromu alespoň 11 %. [7].



Obrázek 1: Mikrostruktura a) austenitické, b) feritické, c) austeniticko-feritické, d) martenzitické a e) precipitačně vytvrzené korozivzdorné oceli. [8, 9, 10, 11, 12]

Austenit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v γ -železe. Jedná se o nemagnetickou fázi, která je stabilní v závislosti na obsahu uhlíku v rozmezí teplot 738°C až 1495°C (pro čisté železo od 912 °C do 1 394 °C). V tomto intervalu teplot se mění krystalická mřížka železa z prostorově centrované (BCC) na plošně centrovanou (FCC), která má koordinační číslo K12, elementární krystalová buňka obsahuje 4 atomy železa (v mřížce BCC obsahuje elementární buňka jen 2 atomy) [13]. Jedná se o mřížku s nejtěsnějším uspořádáním s koeficientem plnění 74,05 %. Nej hustěji obsazené roviny jsou $\{111\}$, nej hustěji obsazené směry jsou $\langle 110 \rangle$. Rentgenové difrakční spektrum (X-ray diffraction, XRD) je uvedeno na obrázku 2. Díky přítomnosti niklu je možné

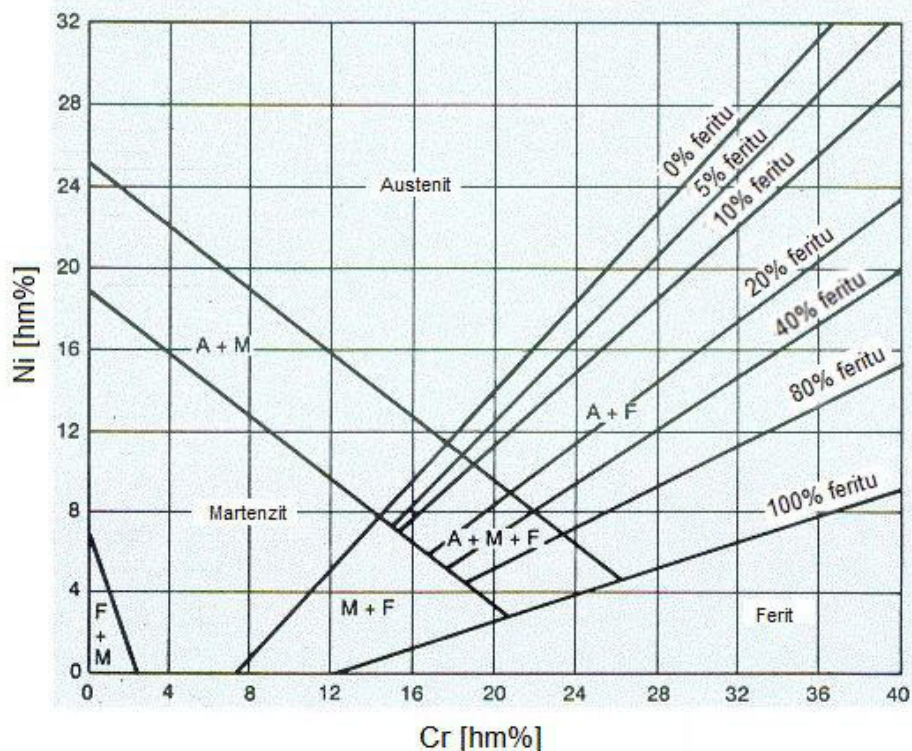
austenitickou strukturu udržet i při pokojové teplotě. Krystaly austenitu jsou světle šedé barvy, měkké, houževnaté a tvárné. [14]



Obrázek 2: XRD spektrum čistého austenitu a po jeho nasycení uhlíkem. [15]

Austenitická fáze je u austenitických ocelí stabilizována obsahem niklu, běžné austenitické oceli obsahují kolem 18 % chromu a 8 % niklu, tyto oceli nemají magnetické vlastnosti. Hlavním legujícím prvkem feritických ocelí je chrom. Protože tyto oceli neobsahují nikl, mají feritickou mikrostrukturu, která je pro oceli při běžné teplotě stabilní. Martenzitické oceli jsou chromové oceli s vyšším obsahem uhlíku, díky němuž je tyto oceli možné vytvrdit (kalit). Duplexní korozivzdorné oceli mají strukturu částečně feritickou i austenitickou. Precipitačně vytvrzené oceli mohou mít strukturu feritickou nebo martenzitickou. Obsahují příměsi prvků jako je měď nebo hliník, které tvoří precipitáty intermetalických sloučenin. Ty mají nekoherentní fázové rozhraní, které brzdí pohyb dislokací. Tím se zvyšuje mez kluzu, tedy i odolnost vůči plastické deformaci. Říkáme, že materiál je vytvrzen. [6]

Austenitické a feritické oceli se vyznačují měkkou a tvárnou mikrostrukturou, proto je jejich metalografická příprava většinou obtížná. U austenitu může během řezání a broušení vzorků docházet k mechanickému vytvrzování, zároveň je obtížné zbavit se deformací a škrábanců, aby mohla být pozorována struktura spolu s dalšími prvky, jako jsou karbidy nebo oxidy. Příprava vzorků martenzitických ocelí je jednodušší, ale musí být věnována větší pozornost křehkým karbidům, které se velmi snadno poškodí. [6]



Obrázek 3: Schaefflerův konstituční diagram [16]

V tabulce 1 je popsán vliv některých legujících prvků na vlastnosti korozivzdorných ocelí. Vliv dalších prvků na vlastnosti korozivzdorných ocelí je popsán v příloze (Tabulka A).

Tabulka 1: Vliv některých legujících prvků na vlastnosti korozivzdorných ocelí. [3]

Uhlík (C)	Zvyšuje pevnost a tvrdost tuhého roztoku, zlepšuje kalitelnost. V železe se rozpouští za vzniku feritu nebo austenitu, při větším obsahu vytváří karbidy (cementit – Fe_3C).
Chrom (Cr)	Zvyšuje odolnost vůči korozi a vysokoteplotní oxidaci. Nepatrně zvyšuje pevnost a tvrdost tuhého roztoku a kalitelnost. S uhlíkem tvoří karbidy, které zlepšují odolnost vůči opotřebení a ořezivzdornost a zlepšují pevnost za vysokých teplot.
Nikl (Ni)	Umožňuje existenci austenitické fáze za laboratorní teploty. Mírně zlepšuje pevnost a tvrdost tuhého roztoku a zlepšuje kalitelnost. S uhlíkem nevytváří karbidy.
Mangan (Mn)	Zvyšuje pevnost a tvrdost tuhého roztoku, zlepšuje kalitelnost. S uhlíkem tvoří karbidy. Působí proti křehkosti způsobené obsahem síry (FeS), vytvořením sulfidu manganatého (MnS). Vyšší obsah manganu u austenitických ocelí zlepšuje odolnost vůči opotřebení a ořezivzdornost.

1.3. Historie metalografie

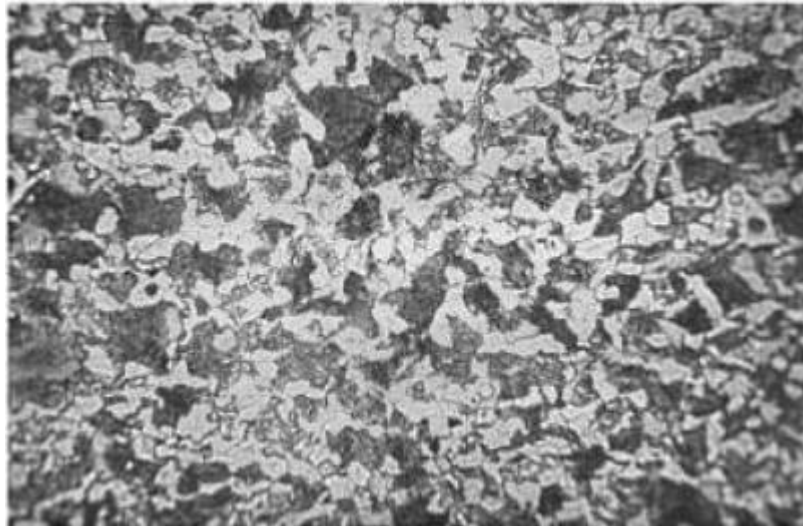
Metalografie jako metoda potřebná především při výrobě a výzkumu materiálů je prakticky využívána už více než 120 let. Za tuto dobu byla vyvinuta a v praxi aplikována na téměř všechny materiály. [1]

René-Antoine Ferchault de Réaumur (1683 – 1757) použil metodu leptání makrostruktury k rozlišení druhů ocelí. Na konci 18. století Sven Rinmann (1720 – 1792) tuto metodu popsal ve své knize *On the Etching of Iron nad Steel*. [1]

Za zakladatele metalografie je považován Henry Clifton Sorby (1826 – 1908, Obrázek I), který se narodil ve Woodbournu ve Velké Británii. Byl to amatérský vědec, který se zabýval hlavně geologií, stal se průkopníkem nového odvětví geologie - mikroskopické petrografie. Jednalo se o mikroskopické vyšetření velmi tenkých částí minerálů. Metodu zkoumání materiálů mikroskopem se snažil aplikovat i do jiných vědeckých odvětví. [17]

Podarilo se mu získat první opravdovou mikrostrukturu. V roce 1863 připravil vzorek Bessemerovy oceli, použitím preparačních metod a několika kroků, které byly velmi podobné těm, které se používají v současnosti. Nejprve vzorky brousil smirkovým papírem od nejhrubšího až po nejjemnější, poté leštil oxidem železitým (Fe_2O_3 , používaný pro průmyslové leštění), poté leštící červení (Fe_2O_3 , využívaný k leštění při výrobě šperků). [6]

V roce 1887 publikoval knihu *On the Microscopical Structure of Iron and Steel*, kde představil „přírodní tisk“, jednalo se o inkoustové otisky oceli naleptané středně silnou kyselinou dusičnou. [1]



Obrázek 4: Původní vzorek připravený H. C. Sorby v roce 1863. [6]

2. TEORETICKÁ ČÁST

Před samotným studiem struktury materiálu je potřeba připravit reprezentativní vzorek. Pro vhodné vyvolání struktury byla vyvinuta řada metod. První fází této přípravy je předúprava povrchu před leptáním. Tato fáze zahrnuje broušení a leštění povrchu a je nezbytná pro správnou funkci leptadel, které se pro vyvolání struktury využívají. Další fází je tedy leptání. Způsob leptání a volba leptacího roztoku se odvíjí od předmětu studia, tedy zda se jedná o prvek makrostruktury nebo mikrostruktury a závisí také na vlastnostech konkrétního prvku.

Základní metodou pro studium struktury materiálu je světelná mikroskopie, která je založena na pozorování odraženého světla od roviny vzorku světelným metalografickým mikroskopem. Využitím této metody lze pozorovat prvky struktury o rozměrech řádově 0,1 μm až 1 mm, tedy se zvětšením cca 100 až 2 000². [1]

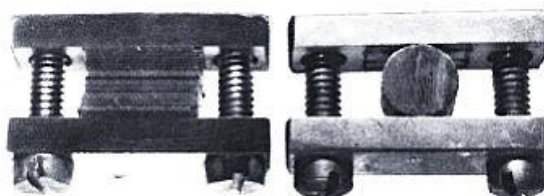
2.1. Příprava metalografického výbrusu

Velmi důležitou částí strukturní analýzy povrchu vzorků je jejich správná úprava před samotným leptáním, či jinou metalografickou metodou. Nevhodně připravený vzorek může vést k nesprávnému výkladu. Náročnost na přípravu vzorků závisí na požadované kvalitě. Většina vzorků nemusí mít publikovatelnou kvalitu pro analýzu struktury, jemné škrábance vzniklé během leštění tedy obvykle interpretaci struktury neomezují. [1]

Pro správnou charakterizaci materiálu je vhodné připravit větší množství vzorků, jejichž přesný počet se odvíjí od velikosti a charakteru studované součástky. Obecně lze říci, že vzorků musí být právě tolik, aby byl získán statisticky spolehlivý popis kvality materiálu a cena nákladů zároveň nebyla přehnaně vysoká. [1]

K provádění řezů korozivzdorných ocelí se využívá karborundových nebo korundových kotoučů. Pásové pily jsou pro řezání korozivzdorných ocelí nevhodné, protože dochází k deformacím, ty lze odstranit delším broušením. [6]

Jednotlivé vzorky ocelí jsou následně zalisovány do pryskyřic pomocí lisování za horka nebo zalitím vzorku do pryskyřice za studena. Lze využít také epoxidových pryskyřic, které se poté vytvrzují v píčkách nebo užít upínacích destiček. [6]



Obrázek 5: Běžné mechanické upínací destičky. [3]

² Na základě vlnové délky světla lze vypočítat podle vztahů uvedených např. v [1] nejvyšší možné efektivní zvětšení při použití imersního objektivu a modrého světla o hodnotě 1750 \times . Větší hodnoty jsou již tzv. mrtvé zvětšení, bez znázornění dalších detailů.

2.1.1. Broušení a leštění

Nutnost broušení a leštění vzorku vyplývá z omezené hloubky ostrosti optické mikroskopie, která u nejlepších mikroskopů dosahuje hodnoty 0,2 μm . Jedná se o vertikální vzdálenost objektů nejbližší a nejdále umístěných od objektivu, které se ještě jeví jako ostré při stejné poloze stolku. [18]. Z toho vyplývá, že je potřeba zajistit co nejhladší povrch.

Dalším důvodem pro broušení je nutnost odstranění vrstvy materiálu přilehlé řezu, neboť ta je zatížena značnou plastickou deformací, někdy dochází k tepelnému ovlivnění, vydrolení částic apod. Během broušení dochází k postupnému odstraňování této defektní oblasti. Při broušení je vzorek sice také namáhán, avšak díky postupnému zjemňování zrna dochází k odstranění defektní vrstvy při stále menším namáhání materiálu brusným kotoučem.

Na rozdíl od broušení, při leštění již nedochází k úběru materiálu, povrchová vrstva po posledním stupni broušení je plasticky deformována a zbylý reliéf je prakticky rozetřen do dokonalé roviny.

Během broušení a leštění dochází ke vzniku Beilbyho vrstvy. Jde o amorfní vrstvu, která vznikla plastickou deformací povrchu během broušení. Tato vrstva lze odstranit během leptání [19].

Pro broušení se využívají brusné papíry, kde brusivo tvoří korund nebo karbid křemíku (SiC). Leštící plátna se vyrábějí z přírodních materiálů jako je hedvábí a vlna nebo z uměle vyrobených jako je polyester nebo neopren. Příprava vzorků s využitím brousících zařízení může probíhat manuálně, existují však i zařízení, která pracují automaticky. Speciálním případem je elektrolytické leštění, kdy dochází k anodickému rozpouštění materiálu z povrchu vzorku v elektrolytickém článku. [20]

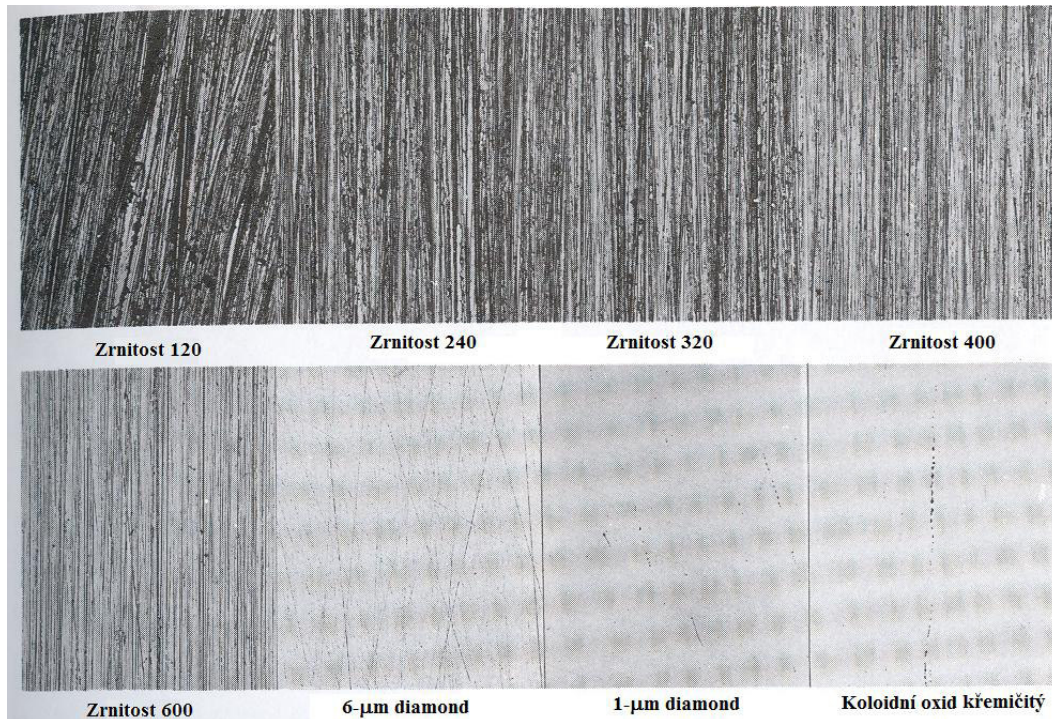
Velikost zrna brusného materiálu se řídí podle několika systémů. Mezi nejběžnější patří CAMI (Coated Abrasive Manufacturers Institute, Institut výrobců brusných povlaků) působící v USA, v Evropě to je FEPA (Federation of European Producers of Abrasives, Federace evropských výrobců brusiva), ten odpovídá také normám ISO 6344. Tyto normy stanovují tzv. „P“ třídy. Číslo za písmenem P udává množství brusného materiálu, které projde sítím se specifickou velikostí ok. Jedná se o počet ok takového síta, které protne úsečka o délce jednoho palce, udává číselné zařazení abraziva v této soustavě. [21]

Tabulka 2: Porovnání označení ISO a FEPA s průměrem částic brusiva v μm . [21]

ISO/FEPA označení zrnitosti	Průměr částic [μm]	ISO/FEPA označení zrnitosti	Průměr částic [μm]
P220	68	P600	35,8
P320	46,2	P800	21,8
P400	35,0	P1200	15,3
P500	30,2	P2500	8,4

U austenitické struktury je potřeba zohlednit možnost deformace a tváření za studena. U SiC brusných papírů může nepřiměřeným tlakem docházet k transformaci austenitu na martenzitickou strukturu vlivem mechanických deformací. [6]

Vzorek by měl být udržován stále chladný, směr broušení by měl být stále souběžný a při přechodu na další stupeň broušení by měl být vzorek pootočen o 90°. Obrázek 6 ilustruje škrábance způsobené broušením a leštěním v každém kroku přípravy vzorku. [22]



Obrázek 6: Vzhled povrchu v jednotlivých krocích přípravy vzorku austenitické oceli, zvětšení 90 ×. [1]

Pro leštění se využívají látkové kotouče s různými drsnostmi. Tyto kotouče je třeba udržovat neustále čisté a zabránit kontaminaci prachem, který může způsobit poškrábání vzorku. Kotouč je třeba navlhčit lubrikantem, ten může být na bázi vodní nebo alkoholové, avšak vzorek na kotouči nesmí „plavat“. Ideální počet otáček pro leštění je 150 ot/min, nejprve volíme větší tlaky, které postupem zeslabujeme. Při leštění látkovými kotouči se využívají diamantové pasty nebo spreje s různými drsnostmi. Vhodné počáteční množství diamantové pasty pro leštící disk o průměru 200 mm je 1 g, každé 2 – 3 minuty by mělo být doplněno 0,5 g pasty. [6]

2.1.2. Elektrolytické leštění

2.1.2.1. Principy procesu

Principem elektrolytického leštění je elektrolytický děj, kdy je leštěný vzorek zapojen jako anoda ve vhodném leštícím elektrolytu. Katody jsou nerozpustné a většinou jsou tvořeny korozivzdornými ocelmi, někdy je katodou vodivá vana naplněná elektrolytem. K leštění dochází po dosažení určitého potenciálu na limitním proudu. To znamená, že nejprve musí vzniknout vrstva solí, která vyrovná nerovnosti, poté dojde k poklesu proudové hustoty, která je zaznamenaná na polarizační křivce. V okamžiku, kdy se pod vrstvou solí vytváří porézní oxid, začíná proces leštění. [22]

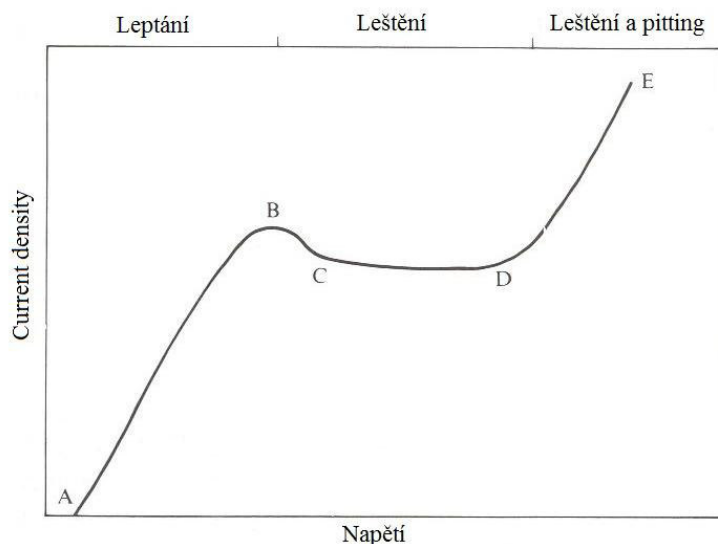
Elektrolytické leštění je ovlivňováno řadou faktorů, které mají výrazný vliv na výsledek jako je teplota lázně nebo míra předchozích mechanických úprav. Mezi další proměnné, ovlivňující výsledky elektrolytického leštění patří například plocha leštěného povrchu, orientace vzorku a katody v lázni a výběr materiálu katody. Dále poměr povrchu katody a anody a jejich vzájemná vzdálenost, složení vzorku včetně nečistot, stáří elektrolytu a možné změny složení. [1]

Tento způsob leštění je vhodný zejména pro feritické oceli, které velmi snadno podléhají deformaci během mechanického leštění. [6]

Nejčastěji využívaným leštícím elektrolytem pro korozivzdorné oceli je směs etanolu (95%, 700 ml), destilované vody (90 ml), 2-butoxyethanolu (100 ml) a kyseliny chloristé (60%, 78 ml). Leptání je třeba provádět při teplotě 20-30 °C, za použití napětí 15-20 V, proudu 0,2-0,3 a po dobu až 120 s. Pro austenitické oceli je vhodný roztok, který se skládá z ledové kyseliny octové (950 ml) a kyseliny chloristé (60%, 50 ml). [6]

Pro správné provedení elektrolytického leštění je zapotřebí určit správné napětí, při kterém leštění probíhá. To lze zjistit z grafu závislosti proudové hustoty na vkládaném napětí. [1]

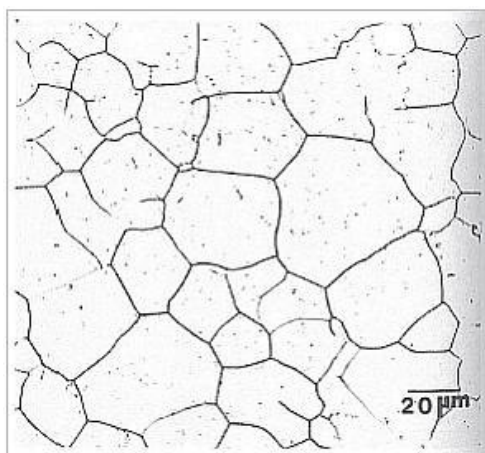
Na obrázku 7 lze vidět průběh závislosti proudové hustoty na vkládaném napětí typické pro leptací roztoky tvořené minerální kyselinou ve viskózním organickém roztoku, kdy vzniká iontový film. K leštění dochází v rozmezí napětí, odpovídající oblasti C-D. V oblasti A-B, tedy při nízkém vkládaném napětí, dochází k selektivnímu naleptávání hranic zrn a nehomogenit povrchu a v oblasti vysokých napětí (D-E) dochází k pittingu a k vývoji plynu. Optimální leštění probíhá při napětí odpovídající bodu C. [1]



Obrázek 7: Graf závislosti proudové hustoty na vkládaném napětí pro roztoky používané během elektrolytického leštění. [1]

Univerzální elektrolyt pro všechny druhy korozivzdorných ocelí neexistuje z důvodu jejich rozmanitosti. Rozšířené jsou dva druhy, které lze jednoduše rozdělit podle obsahu šestimocného chromu. U elektrolytu obsahujícího šestimocný chrom dochází k jeho redukci na chrom trojmocný, proto je ho po určité době nezbytné zlikvidovat a nahradit roztokem novým. Elektrolyty neobsahující šestimocný chrom jsou stálé, po určité době je však zapotřebí upravit jejich složení a odstranit kal, který je tvořen nerozpustnými solemi kovů, které byly ze vzorku odleptány. [22]

Mezi výhody elektrolytického leštění patří jeho kvalita, která odpovídá nejlepšímu možnému vyleštění mechanickou cestou, povrch je bez škrábanců a deformací způsobených řezáním a broušením. Je to metoda vhodná pro materiály, které je obtížné leštit mechanicky a pro laboratoře, které zkoumají stále stejný materiál a provozní podmínky jsou neměnné. Využitím elektrolytického leštění se zkrátí čas potřebný pro přípravu vzorku a stejný elektrolyt potřebný pro leštění lze použít pro leptání při použití 10% napětí, které je potřebné pro leštění. [1]



Obrázek 8: Struktura naleptaná pomocí elektrolytického leptání. (Leptadlo 60% HNO₃, 40% H₂O, platínová katoda, zvětšení 500×) [3]

Největší nevýhodou je, že některé elektrolyty jsou jedovaté, žíravé a můžou být i výbušné a je třeba hledat vhodné podmínky, aby bylo dosaženo optimálních výsledků. Nejlépe je tato metoda využitelná pro čisté kovy a homogenní (jednofázové) slitiny. Leštění vícefázových slitin je obtížné, kvůli rozdílům rychlostí leštění jednotlivých složek (pokud je druhá fáze vzhledem k matici anodická, bude atakována přednostně, pokud je vzhledem k matici katodická, bude přednostně napadána matrice). Vyskytly se také případy, kdy byl povrch elektrolytickým leštěním pasivován a bylo tedy obtížné jej leptat. [1]

2.1.2.2. Vybavení

Zařízení pro elektrolytické leštění jsou poměrně jednoduchá. Vhodná velikost vzorků se pohybuje v rozmezí 1 až 6,5 cm². Kvůli nutnosti měřit proudovou hustotu je nezbytné měřit povrch vzorku, některá zařízení se tomuto vyhýbají použitím clony masky, kterou je vzorek sevřen. Plocha povrchu je tedy neměnná a proudovou hustotu lze stanovit jednoduchým sledováním proudu při změnách napětí. V zařízeních, kde je vzorek zcela ponořen do elektrolytu je obvykle nezbytné k zakrytí části povrchu použít izolační pásku, barvu apod. [22]

Jako zdroj většinou slouží zdroj usměrněného napětí s hodnotou do 100 V. (Při vyšších hodnotách napětí je zapotřebí zařízení vyzkoušet, abychom se vyhnuli napěťovým výkyvům). Abychom se vyhnuli nežádoucím leptacím efektům, je zapotřebí možnost vzorek z elektrolytu rychle a bezpečně vyjmout, často se stále procházejícím proudem. Přístroj musí umožňovat míchání, čímž se zajistí vhodná rychlost promíchávání elektrolytu, která je specifická pro jednotlivé roztoky. Komora pro lázeň musí být z korozi vzdorného materiálu, jednoduše vypustitelná a omyvatelná. [1]



Obrázek 9: Elektrolytická leštička firmy Struers - Lectropol. [20]

Tabulka 3: Složení typických elektrolytů pro leštění. [22]

Složení (hm %)	Proudová hustota ($A \cdot m^{-2}$)	Teplota ($^{\circ}C$)
Kyselina citronová 55 – 60% Kyselina sírová 15 – 20% Voda zbytek	$(8 \text{ až } 65) \cdot 10^2$	60 až 90
Kyselina fosforečná 30% Kyselina sírová 60% Voda 10%	$180 \cdot 10^2$	50
Kyselina fosforečná 42% Glycerin 45% Voda 13%	$(10 \text{ až } 60) \cdot 10^2$	90 až 150

2.2. Makrostruktura

Makroskopické zkoušky jsou běžnou součástí kontroly kvality a výzkumných studií. Obvykle předcházejí zkoumání mikrostruktury, v oblasti kontroly kvality však představují důležité kritérium. Tyto metody umožňují odhalit odchylky od normy, lokalizovat problémová místa a v některých případech i určit, jak byla součástka vyrobena. Existují metody destruktivní a nedestruktivní. Mezi destruktivní zkoušky patří například makroskopické leptání, kontaktní kopírování, trhání, vyvolání průběhu vláken atd. Mezi nedestruktivní zkoušky patří vizuální, penetrační (kapilární), magnetická prášková atd. [1]

Na makrostrukturu má výrazný vliv tuhnutí daného materiálu a metody zpracování za horka a za studena, které byly při výrobě použity. Stejný materiál může vykazovat rozdíly v makrostruktuře, způsobené metodou lití, velikostí ingotů a jejich tvarem. Výrazný vliv má také použití netradičních způsobů lití jako je plynulé lití, odstředivé odlévání, dále elektrostruskové přetavování nebo izostatické lisování za horka. [1]

2.2.1. Leptání makrostruktury

Pravděpodobně nejvíce informací o makrostruktuře lze získat pomocí leptání povrchu vzorku daného materiálu. Neobvyklosti pozorované na leptaném vzorku lze studovat pomocí trhání nebo připravením metalograficky vyleštěných vzorků. Leptání makrostruktury příčně nebo podélně orientovaných vzorků řezů vůči ose tepelného zpracování umožňuje vyhodnotit kvalitu poměrně velké oblasti rychle a efektivně. [1]

Leptáním makrostruktury lze odhalit segregaci karbidů, legujících prvků, struktury vzniklé zpevňováním, velikosti zrn, deformace struktury a jiné nedokonalosti a defekty struktury. [1]

2.2.1.1. Leptání makrostruktury roztoky kyselin

První leptadlo pro ocel na bázi kyseliny bylo vyvinuto Waringem a Hofammanem a obsahovalo kyselinu chlorovodíkovou, sírovou a vodu v poměru 9:6:1. Přestože použitím tohoto leptadla nebylo dosaženo požadovaných výsledků, dalším zkoumáním byl význam leptání roztoky kyselin potvrzen. Leptání může být prováděno ihned po uřezání vzorku, ale lepších výsledků je dosahováno po jeho broušení a leštění, hlavně při použití leptadel při laboratorní teplotě. [23]

Každé leptadlo by mělo splňovat několik základních kritérií, mělo by být použitelné na větší část materiálů, mělo by umožňovat vyvolání více druhů strukturních charakteristik a nepravidelností, dále by mělo mít jednoduché a levné složení. Jeho příprava by měla být jednoduchá, mělo by být stabilní, s možností skladování a neprodukovat škodlivé plyny. [1]

S vyšším obsahem příměsí roste také stupeň segregace a tím se stupňují problémy při leptání. Leptadlo odhaluje strukturu segregované fáze, matečná fáze je vyleptávána a můžou na ní být vyleptány také důlky. K rozlišení, zda se jedná o pitting v důsledku přítomnosti nekovového vměstku nebo segregovanou fázi a karbidy, je potřeba připravit další vzorek, který je kalený a znovu leptaný. Pokud se pitting objevil v důsledku obsahu nekovového vměstku, bude přítomný na obou vzorcích a ve stejném stupni. [1]

Pomocí leptání makrostruktury lze poměrně snadno zjistit součinitel stejnorodosti kovů a slitin pomocí vyvolání detailu struktury vyplývajícího z tuhnutí a zpracování, chemické homogenity, nesoudržnosti vzniklé při tuhnutí či zpracování, nebo pomocí vyvolání struktury svařované části nebo tepelně ovlivněného pásma. Strukturu vyplývající z tuhnutí a zpracování kovů a slitin lze nejlépe odhalit pomocí leptání horkým roztokem kyselin, zbylé při běžné laboratorní teplotě. [1]

2.2.1.2. Leptadla s obsahem mědi pro vyvolání primární struktury

Tato činidla byla vyvinuta především kvůli vyvolání fosforových a uhlíkových vměstků a dendritické struktury. To bylo problémem převážně v době, kdy byla nejvyužívanější ocelí ocel Bessemerova, ta byla později nahrazena ocelmi jinými a vytlačena do ústraní. V poslední době byla vyvinuta leptadla s obsahem mědi, která se používají především ke studiu deformace struktury v namáhaném materiálu. [1]

2.2.1.3. Leptadla pro vyvolání deformace struktury

Prvním leptadlem pro odhalení deformace struktury železa a jeho slitin byl Fryeův roztok, který se skládá z 5 g chloridu měďnatého, 40 ml kyseliny chlorovodíkové, 25 ml etanolu a 30 ml vody. [24] Tato metoda byla publikována v roce 1921 a stala se základem pro většinu leptadel, jejichž složení bylo v podstatě pouze modifikací původního Fryeova roztoku. Výsledkem bylo vyvolání deformačních čar ve struktuře železa a ocelí použitím mikroskopického a makroskopického leptání. Díky této metodě

bylo možno pozorovat světlá a tmavá pásma, která odpovídala deformacím, způsobeným smykovým namáháním daného materiálu. [1]

2.3. Mikrostruktura

Značnou důležitost při charakterizaci struktury materiálů má analýza mikrostruktury.

2.3.1. Leptání

Pro velkou část materiálů je jedinou metodou pro vyvolání mikrostruktury metoda leptání. Nejběžnější je leptání chemické, velmi časté je také leptání elektrolytické, dále potenciostatické nebo anodické. Leptání je v podstatě kontrolovaná koroze, která je způsobena rozdílným potenciálem mezi dvěma povrchy. Elektrolytická aktivita je způsobená místní fyzikální a chemickou různorodostí, která způsobí, že některé složky struktury se v určitých leptacích podmínkách chovají jako anody jiné jako katody. [1]

Chemickým leptáním lze dosáhnout metalografického kontrastu buď rozlišením krystalů nebo naleptáním hranic zrn nebo fází. Rozlišit krystaly je umožněno díky skutečnosti, že jednotlivá zrna jsou naleptávána různou rychlostí kvůli jejich rozdílné orientaci. [1]

Chemická leptadla se obvykle skládají ze tří komponent. První je korozivní činidlo, většinou se jedná o kyselinu chlorovodíkovou, sírovou, fosforečnou nebo octovou. Další složkou je modifikátor, který omezuje ionizaci. Jako modifikátory se většinou používají alkoholy nebo glycerin. Poslední složkou je oxidační činidlo, většinou se jedná o peroxid vodíku, Fe^{3+} nebo Cu^{2+} . V některých leptadlech jedna ze složek má funkci dvě, například kyselina dusičná v nitalu. Při elektrolytickém leptání slouží jako oxidační činidlo proud. Oxidační činidlo má v elektrolytu důležitou funkci, protože přijímá elektrony, čímž lze během rozpouštění materiálu kontrolovat oxidaci. [1]

2.3.1.1. Princip

Během leptání se atomy povrchu, který se v přítomnosti leptacího roztoku chovají jako anoda, převádí do roztoku ve formě kationtů. Celý proces začíná vystoupením atomu na povrch kovu (1).



Pomocí iontových dipólových sil se na tyto atomy vážou molekuly vody, atom ztrácí některé valenční elektrony a vzniklý kation kovu je hydratován (2).



Když je kation kovu zcela hydratován, uvolňuje se z povrchu do leptacího roztoku. Některé kovy s leptacím roztokem tímto způsobem nereagují. Namísto hydratovaných iontů vznikají interakcí s leptacím roztokem komplexy nebo relativně nerozpustné sloučeniny daného kovu, které se mohou usazovat na povrchu kovu. [1]

Účinnost leptadla ovlivňuje pořadí, v jakém jsou jednotlivé složky míchány, čistota těchto chemikálií a změny, které se odehrávají vlivem stárnutí. Přídavkem různých látek lze ovlivnit ionizace nebo rozklad účinné látky, ale funkce jednotlivých složek většinou nelze přesně rozlišit. [1]

2.3.2. Zkoumání struktury korozivzdorných ocelí

Korozivzdorné oceli jsou slitiny na bázi železa. Jsou vyráběny litím i tvářením v širokém rozsahu složení i forem mikrostruktury. Podle chemického složení je lze rozdělit na oceli feritické, austenitické, precipitačně vytvrzené a austeniticko-feritické korozivzdorné oceli. [1]

Díky většímu obsahu chromu (12 – 30 %), niklu (až 30 %) a manganu (do 24 %) vykazují zvýšenou odolnost vůči korozi. Podle chemického složení je rozdělujeme na oceli chromové, chromniklové a chrommanganové. Největší vliv na odolnost těchto ocelí má chrom, který zajišťuje pasivitu. [22]

Složitost jejich mikrostruktury je zvýšena obsahem dalších legujících prvků, jako jsou Mo, Ti, Nb nebo N a tepelnými úpravami, například svařováním. Protože každý z legujících prvků ovlivňuje chování oceli při leštění a dalších úpravách je vyvolání struktury korozivzdorných ocelí velmi specifické. [1]

Ve struktuře korozivzdorných ocelí se kromě austenitické a feritické fáze objevuje také sigma fáze (σ -fáze) a delta ferit (δ -ferit). Sigma fáze je křehká intermetalická fáze o formálním vzorci FeCr, která je typická pro chromové oceli. Je stabilní při teplotách 530 - 830 °C, při teplotách nižších je možný její výskyt při dostatečně rychlém ochlazení. Snižuje plasticitu a dynamickou odolnost svarových spojů. Delta ferit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v δ -železe. δ -železo je vysokoteplotní modifikace BCC-železa, má prostorově centrovanou krystalovou mřížku a na rozdíl od α -feritu ($a = 2,867 \text{ \AA}$), má mírně zvětšenou mřížkovou konstantu ($a = 2,932 \text{ \AA}$). Je stabilní nad teplotami 1392 °C [26]. V ternárním systému je Fe-Cr-C však již při obsahu 20% Cr oblast jeho stability rozšířena až k laboratorní teplotě [22]. Austenitické oceli se vlivem přítomnosti delta feritu stávají feromagnetickými [27].

2.3.2.1. Základní leptací roztoky pro vyvolání struktury

Leptadla pro korozivzdorné oceli se vyznačují vyšší koncentrací kyseliny. Pro zvýraznění jednotlivých prvků struktury se často využívá barevného leptání, nejčastěji však leptání elektrolytického. Korozivzdorné oceli se od nízkolegovaných ocelí odlišují některými strukturními prvky, jako jsou například druhé fáze, tedy delta ferit a sigma fáze a karbidy tvořené legujícími prvky s obecnými vzorci M_3C , $M_{23}C_6$ a M_6C , kde M (kov) představuje Fe, Cr, Mo apod. [3]

Tabulka 4: Přehled nejběžněji využívaných leptadel pro korozivzdorné oceli. [3]

Název	Složení	Aplikace
Vilella	1 g kyseliny pikrové 5 ml HCl 95 ml ethanolu	Vhodné především pro martenzitické a precipitačně vytvrzené oceli. Zvýrazňuje delta ferit, sigma fázi a karbidy.
Lichtenegger-Bloech	20 g NH ₄ SH 0,5 g KHSO ₃ 100 ml H ₂ O	Zvýrazňuje austenitickou fázi v duplexních ocelích. Feritická fáze není napadena. (viz příloha, Obrázek II)
Aqua Regia	45 ml HCl 15 ml HNO ₃	Vhodné pro austenitické oceli, odhaluje hranice zrn a zvýrazňuje další fáze, jako jsou ferit a sigma fáze.
Glyceregia	3 díly glycerolu 2 – 5 dílů HCl 1 díl HNO ₃	Vhodná ke zvýraznění sigma fáze a karbidů.
Kyselina pikrová a chlorovodíková	4 g kyseliny pikrové 96 ml ethanolu 5 kapek HCl 5 kapek benzalkoniumchloridu	Vhodné pro vyvolání hranic zrn a dvojčatění. K leptání dochází díky precipitátům karbidů chromu na hranicích zrn a dvojčat. (viz příloha Obrázek III)

2.3.2.2. Povrchové zbarvení ohřevem

Pokud je vyleštěný vzorek na vzduchu zahříván, povrch se oxiduje. U vícefázových slitin, jako jsou právě korozivzdorné oceli, se jednotlivé prvky struktury rozdílně zbarvují v závislosti na jejich struktuře. Výslednou ostrost lze vylepšit lehkým naleptáním před samotným zahříváním povrchu. Běžně se povrchové zbarvení provádí při teplotách 500 – 700 °C po dobu přibližně 20 minut. Nejrychleji se vybarvuje struktura austenitu, pomaleji feritu, nejdéle odolávají karbidy. Tato metoda je poměrně dostupná, ale využívá se jen minimálně, zpravidla pro identifikaci fází. [29, 30]

2.3.2.3. Alkalická kyanoželezitanové činidla

Výsledkem je barevné naleptání, které se liší v závislosti na složení a teplotě činidla, na době jeho působení a orientaci fáze. Z tohoto důvodu tato metoda není příliš spolehlivá, pokud nejsou podmínky leptání přísně dodržované. Naleptání struktury však spolehlivé je, proto je tato metoda poměrně využívána. [1]

Hexakyanoželezitan draselný zde reaguje s hydroxidem draselným, za vzniku hexakyanoželeznatanu draselného (3):



Kyanoželezitan zde plní funkci oxidačního činidla, ale to, zda bude prvek leptán, závisí na odezvě na nascentní kyslík nebo přebytečnou zásadu. [32]

Alkalická kyanoželezitanová činidla se v praxi využívají k rozlišení mezi austenitem, feritem a sigma fází. Naleptání hranic fází zde však není patrné tak, jak by bylo například při užití elektrolytického leptání. [1]

2.3.2.4. Elektrolytické leptání

Elektrolytické leptání má výhodu dobré reprodukovatelnosti. Lze přesně kontrolovat časem, napětím, proudovou hustotou i složením roztoku. Pro elektrolytické leptání lze využít většinu roztoků používaných při elektrolytickém leštění, pokud snížíme aplikované napětí přibližně na 1/10 na dobu přibližně několik sekund. [1]

Výhodou elektrolytického leptání je, že vzorek již jednou naleptaný lze znovu leptat, aniž by bylo potřeba jej znovu brousit, což pro chemické leptání neplatí. Některé elektrolyty leptají povrch neselektivně, ale většina elektrolytů atakuje specifické části povrchu, což je výhodou pro identifikaci fází, hranic zrn a jiných specifických částí struktury. [1]

2.4. Světelná mikroskopie

Světelná mikroskopie je v současné době v oblasti metalografie stále nejvýznamnější metodou pro zkoumání materiálů. Světelná mikroskopie má řadu využití, nejdůležitější je možnost rozlišení jednotlivých fází struktury. [1]

Metalografický mikroskop se od běžných mikroskopů liší. Zatímco u běžných mikroskopů pozorujeme světlo prošlé přes transparentní materiál, metalografické vzorky jsou neprůhledné a pozorujeme tedy světlo odražené. Existují dva typy metalografických mikroskopů, vertikální a invertovaný (Obrázek 10). U vertikálního mikroskopu je vzorek umístěn pod objektivem, u invertovaného je vzorek umístěn pozorovanou stranou dolů nad objektivem. [24]



Obrázek 10: Metalografické mikroskopy, invertovaný (vlevo) a vertikální (vpravo). [33]

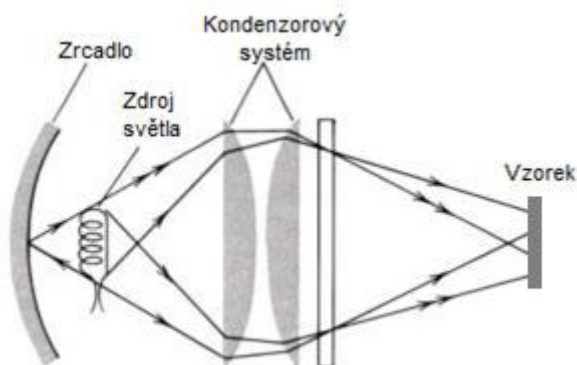
Jednotlivé metalografické mikroskopy mají své výhody a nevýhody. U invertovaného světelného mikroskopu může dojít k poškrábání povrchu vzorku, protože se dotýká stolku mikroskopu. Invertovaný světelný mikroskop je vhodný pro velké vzorky, velikost vzorku pro vertikální mikroskop je limitován maximální vzdáleností mezi objektivem a stolkem, vertikální mikroskopy mají obvykle i menší nosnost než invertované mikroskopy. U vertikálních mikroskopů může být rovněž problém s vyrovnáním roviny výbrusu pro zaostření (planparalelita vzorku), což se řeší pomocí plastelíny apod. [24]

2.4.1. Světelné zdroje

Pro metalografické mikroskopy existuje množství využitelných světelných zdrojů. Mezi nejběžnější patří nízkonapěťová žárovka s wolframovým vláknem, karbonová, xenonová a zirkoniová oblouková lampa, halogenová žárovka nebo rtuťová výbojka. [1]

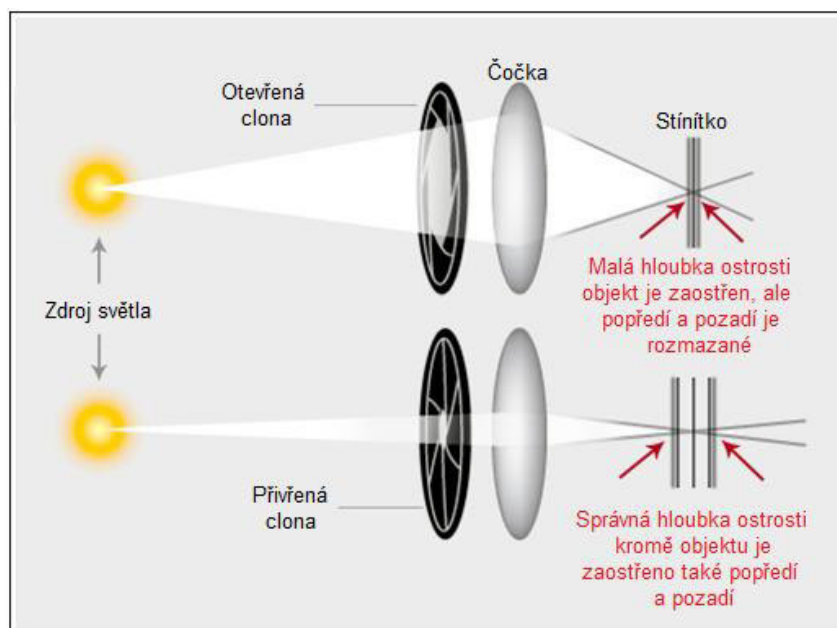
2.4.2. Kondenzorový systém

Jedná se o nastavitelné čočky umístěné před světelným zdrojem, které zobrazují světlo v požadovaném bodě v optické cestě. Čočky jsou aplanatické, tedy bez aberace a komy³. Součástí může být také polní clona, obvykle umístěná před kondenzorem, která slouží k regulaci intenzity osvětlení, násobí odraz světla uvnitř mikroskopu a umožňuje nastavení lepšího kontrastu obrazu. Clona mění intenzitu a úhel kužele světla. Pokud je clona příliš velká je kontrast nízký, pokud je clona příliš malá dochází ke ztrátě ostrosti (Obrázek 12). [1]



Obrázek 11: Nákres kondenzorového systému.

³ Příčinou aberace (chromatická aberace) je závislost indexu lomu na vlnové délce světla. Rovnoběžný svazek bílého světla se na čočce láme a zároveň rozkládá jako na hranolu. Koma vzniká, pokud se paprsky procházející krajem čočky lámou více než paprsky blízko optické osy. Důsledkem této chyby je neostrost obrazu.



Obrázek 12: Princip funkce clony a její vliv na zaostření. [31]

2.4.3. Světelné filtry

Světelné filtry slouží k modifikaci světla pro optimální vizuální zkoumání vzorku nebo mikrofotografie. Šedé filtry (neutrální) redukuje intenzitu osvětlení celého spektra vlnových délek. Selektivní filtry absorbují určité vlnové délky světla, aby poskytly světlo o vlnové délce vhodné k pozorování. Tyto filtry lze využít také ke zvýšení kontrastu mezi fázemi různých barev. Aby došlo ke zlepšení kontrastu, filtr musí mít doplňkovou barvu k pozorovanému objektu (Tabulka 5). Při velkých zvětšení také zmenšují rozostření dané barevnou chybou objektivu. U objektů o rozměrech srovnatelných s vlnovou délkou světla je již patrný rozdíl v indexu lomu pro různé vlnové délky a objekty tak mají jeden okraj rozostřen červeným pásem a druhý okraj modrým pásem. [1]

Tabulka 5: Vhodné barvy filtrů, vzhledem k barvě pozorovaného objektu. [1]

Barva objektu	Barva filtru	Barva objektu	Barva filtru
Modrá	Červená, žlutá nebo oranžová	Hnědá	Modrá
Zelená	Červená	Purpurová	Zelená
Červená	Zelená	Fialová	Žlutá
Žlutá	Modrá		

Polarizační filtry propouští pouze světlo kmitající v jednom směru. K tomuto účelu se využívají buď hranoly, nebo selektivní absorpční film (polaroid). [1]

2.4.4. Objektiv

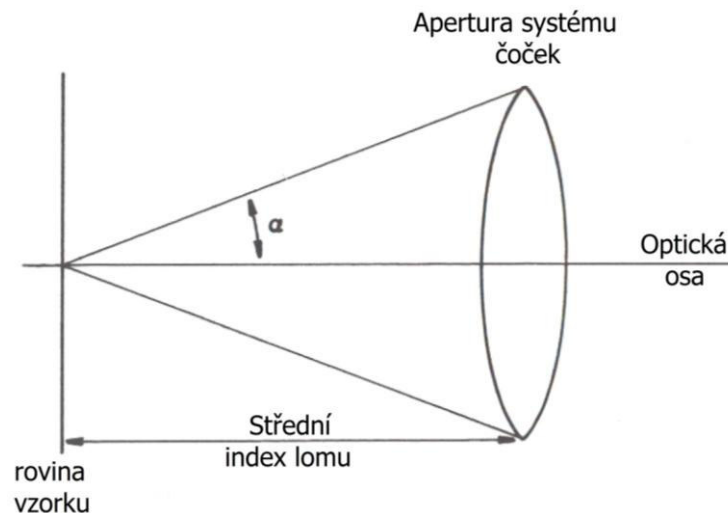
Čočky objektivu tvoří primární obraz pozorovaného vzorku. Objektiv sbírá co největší množství světla přicházejícího z jakéhokoliv bodu vzorku a vytváří obraz. Účinnou světelnost objektivu vyjadřuje veličina zvaná *numerická apertura* (4).

$$NA = n \cdot \sin \alpha \quad (4)$$

kde n je index lomu prostředí před objektivem a α je polovina vrcholového úhlu kužele paprsků vstupujících do objektivu (Obrázek 13). Čím větší je tento úhel, tím větší je plocha čoček objektivu pro průnik světla. Efektivní numerická apertura je ovlivňována numerickou aperturou kondenzorových čoček podle vztahu (5):

$$NA_{EF} = \frac{NA_{OBJ} \cdot NA_{KON}}{2}, \quad (5)$$

kde NA_{OBJ} je numerická apertura objektivu a NA_{KON} je numerická apertura kondenzoru. [1]



Obrázek 13: Grafické znázornění numerické apertury. [1]

Délka tubusu objektivu není standardizovaná a u běžných objektivů je navržena pro určité neměnné přiblížení, obvykle se pohybuje v rozmezí 160 – 250 mm. Běžné metalografické mikroskopy mají rotační nosič objektivů (Obrázek 14), který pojme tři a více objektivů. [1, 24]



Obrázek 14. Rotační odnímatelný nosič objektivů. [34]

2.4.5. Okulár

Hlavní funkcí okuláru je zvětšit primární obraz vytvořený objektivem, aby oko bylo schopné využít plného rozlišení objektivu. Obraz mikrostruktury je tedy zvětšen celkem dvakrát, nejprve objektivem, poté okulárem⁴. Většina metalografických mikroskopů má dva okuláry, které jsou zasazeny do binokulárního nástavce na hlavním tubusu mikroskopu. Obraz je proto rozdělen na dva pomocí hranolu. Některé metalografické mikroskopy jsou i trinokulární, kde je třetí tubus využíván k zabudování obrazovky, kamery nebo fotoaparátu. [1, 24]

Vzdálenost mezi čočkou okuláru a okem je 10 mm a méně, ale existují i okuláry se vzdáleností 20 mm a více, které jsou vhodné pro lidi nosící brýle, protože lze obraz pozorovat z větší vzdálenosti. Okulár může být vybaven nitkovým křížem nebo mřížkou, které se využívají pro zaměření, měření, počítání nebo porovnávání fází. Čočka okuláru zvětšuje nitkový kříž, popř. mřížku spolu s obrazem z objektivu. Tato zařízení mohou nahradit speciální typy čoček s vláknovým mikrometrem, které umožňují měření s přesností až na 1 μm . [1]

2.4.6. Stativ

Jedná se o mechanickou konstrukci mikroskopu, která slouží k držení vzorku a díky níž lze vzorek posouvat a zaostřit. Díky stativu mohou být zkoumána rozdílná místa, zatímco obraz zůstává stále zaostřený. Obvykle je vybaven osami X a Y opatřenými

⁴ Platí pouze za předpokladu, že mezi objektivem a okulárem nejsou další čočky.

stupnicemi, díky kterým lze měřit a lokalizovat prvky struktury. Stativy mohou být mechanické nebo motorizované, ovládané např. pomocí joysticku. [1]

2.4.7. Pozorovací režimy

Využitím vhodného kontrastu lze dosáhnout maximálního rozlišení. Na povrchu lze pozorovat objekty dvou druhů, fázové a amplitudové. Amplitudové objekty jsou viditelné jako výsledek rozdílů odrazivosti. Vzorky, které mají stejnou odrazivost, ale rozdíly ve výšce povrchu, tzv. fázové objekty, nelze rozlišit pomocí pouhého oka a je potřeba převedení na amplitudové rozdíly. Toho lze dosáhnout s využitím fázového a interferenčního kontrastu. Nejvyužívanějším pozorovacím režimem je světlé pole. Vzorek lze pozorovat také s využitím šikmého osvětlení, které vrhá stín jako důsledek rozdílů ve výšce povrchu. Tímto způsobem lze získat třídídimenzionální obraz. [1]

2.4.7.1. Režim tmavého pole

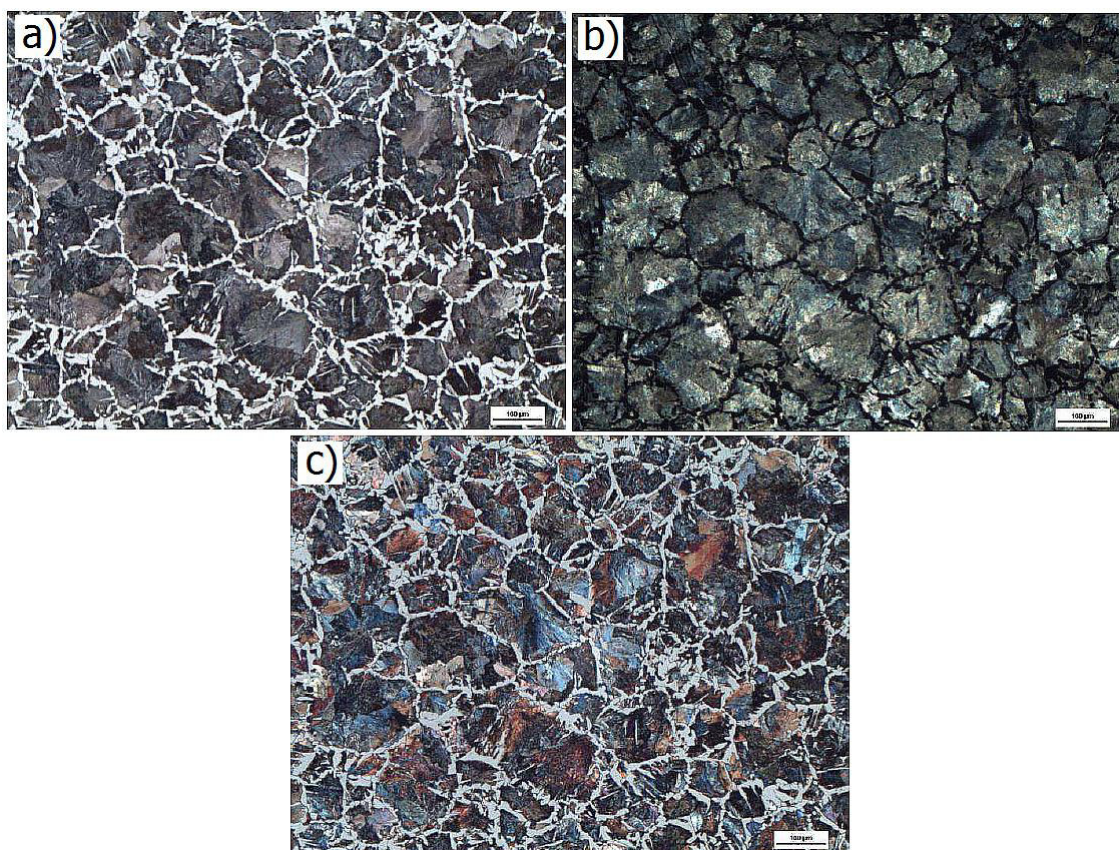
Mezi další režimy pozorování patří tmavé pole. Tento režim se využívá k pozorování barevných struktur, ke zlepšení kontrastu u bezbarvých struktur a ke sledování velmi malých částic (ultramikroskopie). S využitím tohoto módu se objekty jeví výrazně světlejší, tím se zlepšuje rozlišení. Nevýhodou je obvykle možnost užití jen při malých zvětšeních. [1]

2.4.7.2. Režim polarizovaného světla

Další velmi významnou metodou pozorování je režim polarizovaného světla. Dnešní mikroskopy využívají k vytvoření polarizovaného světla syntetické polaroidy. Jedná se většinou o dva filtry, polarizátor a analyzátor. Polarizátor je umístěn před svislým osvětlením, zatímco analyzátor se nachází za objektivem, většinou těsně pod čočkami okuláru. [1]

V případě metalografického mikroskopu dochází k polarizaci světla na polarizátoru, následně k odrazu od vzorku, kdy všechny objekty, které jsou opticky anizotropní, stočí jeho rovinu o určitý úhel. Při otáčení filtrem analyzátoru se potom podle svých optických vlastností rozjasňují a ztmavují. [1]

Tato metoda je významná zejména pro pozorování kovů, které se obtížně leptají, jako je beryllium nebo zirkonium a dalších anizotropních kovů včetně antimonu, bismutu, kadmia, kobaltu, hořčíku, skandia, teluru, cínu, titanu nebo zinku. [1]



Obrázek 15: Podeutektoidní feriticko-perlitická ocel s 0,65 % C lepaná 3% Nítem. a) světlé pole (ferit je bílý), b) tmavé pole (ferit je černý), c) polarizované světlo (různé zabarvení perlitických zrn souvisí s různou orientací lamel v perlitickém zrně). [4]

Mezi další režimy pozorování patří například interferenční techniky, ultrafialová mikroskopie, fluorescenční mikroskopie nebo infračervená mikroskopie. [1] Existují však také fáze, které se nachází pod rozlišovací schopností světelného mikroskopu. V tomto případě je možnost využít nové techniky pro studium struktury, například laserovou skenovací konfokální mikroskopii, transmisní a rastrovací elektronovou mikroskopii, rentgenovou a difrakční fázovou analýzu, elektronovou chemickou mikroanalýzu, Augerovu elektronovou mikroanalýzu, difrakci zpětně odražených elektronů (EBSD), mikroskopii atomárních sil apod. [4]

2.5. Užité vlastnosti ocelí a jejich testování

Pro správnou charakterizaci materiálu je důležitým kritériem posouzení mechanických vlastností. Aby bylo možné reprodukovat vlastnosti daného materiálu, a vzájemně materiály porovnávat, jsou zapotřebí jednotné a přesně definované zkušební postupy a podmínky. Proto je většina mechanických zkoušek normalizovaná. [37]

Jednotlivé zkoušky lze rozdělit podle následujících kritérií. Podle způsobu zatěžování na zkoušky tahem, tlakem, ohybem, krutem nebo stříhem. Podle stavu

napjatosti na zkoušky jednoosé, dvouosé nebo trojosé napjatosti. Podle časového průběhu zátěžné síly na zkoušky statické, s klidným zatížením a jeho pomalými změnami, nebo na zkoušky dynamické, s rychlými změnami zatížení a s velkou rychlostí deformace. Mechanické zkoušky lze provádět také za rozdílných fyzikálních podmínek, například při různé teplotě nebo v rozdílných prostředích. [37]

2.5.1. Testy tvrdosti

Mezi nejběžnější charakteristiky ocelí a také nejčastěji testovanou vlastností v strojírenském průmyslu je tvrdost. Zkoušky tvrdosti jsou oblíbené pro svoji jednoduchost a nízké náklady. Tyto zkoušky však nelze přesně definovat a stanovit absolutní hodnoty. Přes tyto nevýhody se jedná o velmi důležité informace k posouzení kvality materiálu a jsou využívány při kontrole kvality, vyvíjení slitin, výběru materiálu nebo ve fyzikální metalurgii. [1]

Nejpoužívanějšími metodami pro stanovení tvrdosti materiálu jsou statické testy. Principem je vtlačení indentoru do povrchu vzorku známým zatížením. Indentorem může být koule, kužel nebo jehlan z materiálu, který je podstatně tvrdší než materiál testovaný. Měřítkem tvrdosti je zatížení na jednotku plochy (Brinellova, Vickersova, Knoopova nebo Meyerova zkouška) popřípadě hloubka získaného otisku (Rockwellova zkouška). [1]

2.5.1.1. Brinellova zkouška

Indentorem je kulička ze spékaného karbidu o definovaném průměru (obvykle 10; 5; 2,5; 2 nebo 1 mm). Zatížení se stanoví s ohledem na geometrickou podobnost vtisků při různém průměru. Tato metoda je vhodná pro měkké a středně tvrdé materiály s heterogenní strukturou. [37]

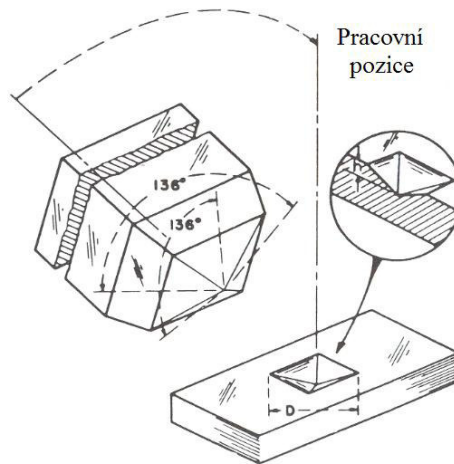
2.5.1.2. Rockwellova zkouška tvrdosti

Indentorem může být buď diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° (pro tvrdé materiály) nebo kalená ocelová kulička (pro měkké a středně tvrdé materiály). Podle druhu vnikajícího tělesa a velikosti zátěžné síly může být tato zkouška použita pro široký interval tvrdostí. Ta je zde vyjádřena hloubkou trvalého vtisku. Jedná se o rychlou a jednoduchou metodu, která se často využívá k automatické kontrole tepelného zpracování v hromadné výrobě. [37]

2.5.1.3. Vickersova zkouška tvrdosti

Indentorem je diamantový čtyřboký jehlan o vrcholovém úhlu 136° . K určení tvrdosti je zapotřebí proměření úhlopříček vtisku. Výhodou je nezávislost hodnoty tvrdosti na zátěžné síle, protože vtisky jsou pro různé síly geometricky podobné. Jde

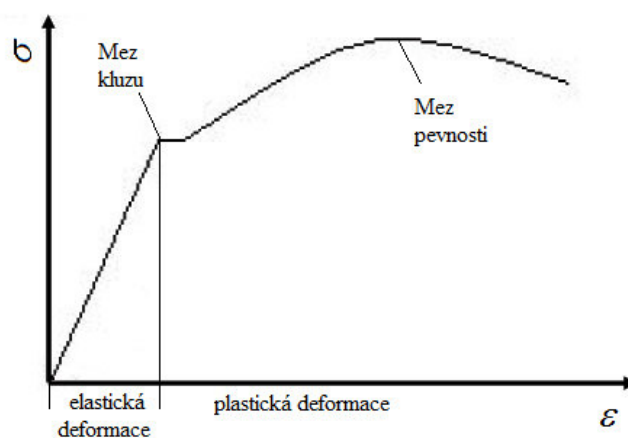
o nejpřesnější metodu měření tvrdosti, zapotřebí je však kvalitní povrch a zkouška není vhodná pro heterogenní materiály. [37]



Obrázek 16: Schematické znázornění diamantového kuželu a vytvořeného vpichu s úhlopříčkou D . [1]

2.5.2. Zkouška tahem

Princip spočívá v postupném zatěžování zkušební tělesa, dokud nedojde k jeho přetržení na dvě části. Cílem je zjistit pevnostní a plastické vlastnosti materiálu. Tvar a rozměry zkušebních těles jsou dány normou (ČSN EN ISO 6892, [38]). Výsledkem této zkoušky je tahový diagram znázorňující prodloužení zkušební tělesa v závislosti na působící síle nebo po přepočtu na smluvní hodnoty závislosti deformace na napětí. Z provedené zkoušky se vyhodnocuje mez kluzu, mez pevnosti, tažnost a kontrakce. Mez kluzu je napětí, při kterém dochází k prvním trvalým deformacím zkušební tělesa. Mez pevnosti je napětí, které odpovídá největšímu zatížení zkušební tělesa. Tažnost je trvalé poměrné prodloužení měřené délky po přetržení zkušební tělesa a kontrakce je největší změna příčného průřezu zkušební tělesa po přetržení. [37]



Obrázek 17: Tahový diagram s vyznačenou mezí kluzu, pevnosti a oblastmi elastické a plastické deformace.

Válcový vzorek při jednoosé deformaci v tahu vykazuje nejprve lineární závislost napětí na deformaci. Jedná se o oblast elastické deformace, kde platí Hookův zákon. Směrnice lineární části se nazývá Youngův modul pružnosti. V této oblasti se po ukončení deformace materiál vrací do původní velikosti a tvaru. Nelineární část křivky je oblast plastické deformace, kde Hookův zákon neplatí a vzorek se již do původní velikosti nevrací. Se zvyšujícím se napětím dochází ke zvýšení deformace a prodlužování vzorku. Tato deformace má za následek zvýšení pevnosti a tvrdosti v deformované oblasti. [1]

3. SOUHRN VÝSLEDKŮ SOUČASNÉHO VÝZKUMU

J. M. Pardal a kol. se ve své práci zabývali zkoumáním parního separátoru popraskaného vlivem vodíkové křehkosti s využitím terénní metalografie. Jednalo se o odlučovač nečistot z páry vyrobený z oceli AISI 1330 (nízkolegovaná uhlíková ocel, ekvivalentní české 13 141). K identifikaci prasklin byla použita penetrační kapalina. Poté byly vytvořeny repliky napadených částí materiálů metodou FMR (Field Metallographic Replication). Tyto repliky byly analyzovány pomocí optického mikroskopu. [39]

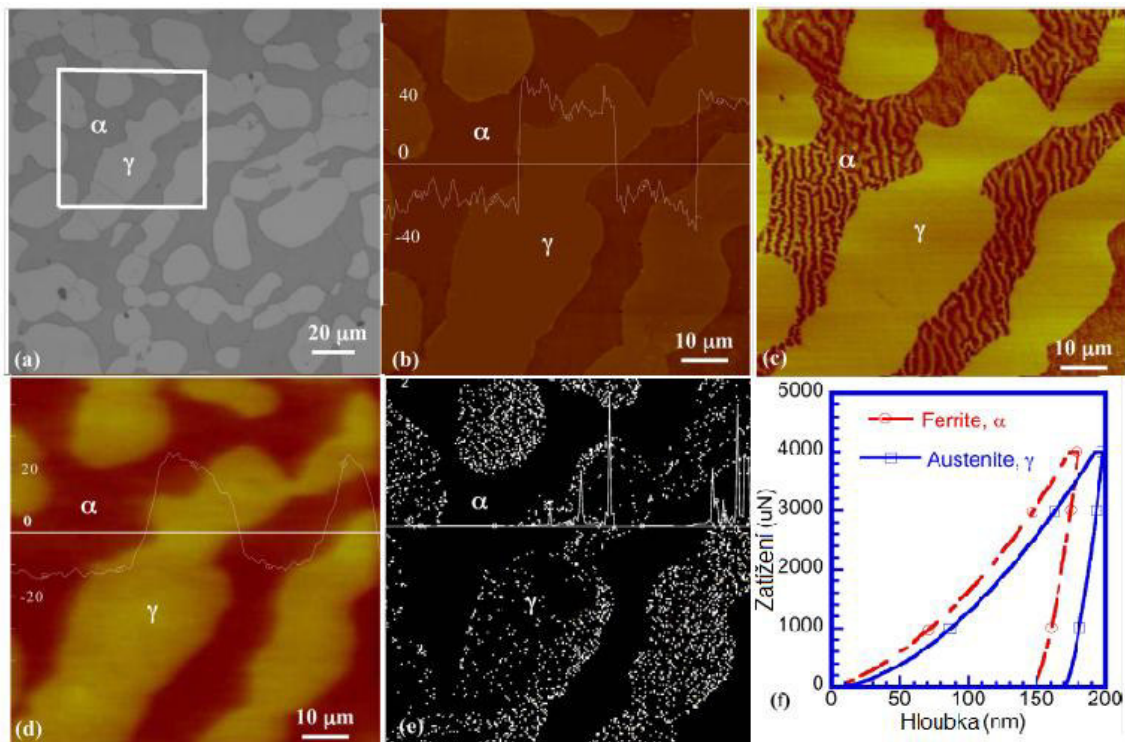
Testovaný povrch byl připraven použitím úhlové brusky a brusnými papíry z karbidu křemíku. Poté byl povrch vyčištěn pomocí neutrálního mýdla a alkoholu. Povrch byl následně vyleštěn pomocí diamantové pasty. Mikrostruktura byla vyvolána využitím 4% roztoku Nitalu (roztok kyseliny dusičné v etanolu). Potom byla aplikována replika za použití roztoku alkoholu a acetonu (1:1), opatrně odstraněna a následně zkoumána pomocí světelného optického mikroskopu. Využitím metody FMR bylo umožněno stanovení a vyhodnocení mechanismů, které vedly k selhání materiálu. Také bylo možné poskytnout doporučení pro opravu tlakové nádoby, aniž by bylo potřeba odebrání vzorků. [39]



Obrázek 18: Replika aplikovaná na připravený povrch. [39]

L. Q. Guo a kolektiv se ve své práci zabývají identifikací feritické a austenitické fáze v duplexních ocelích pomocí mikroskopu se skenovací sondou. Tato práce popisuje využití mikroskopie magnetických sil (MFM – Magnetic force microscopy) ke správnému rozlišení fázi na elektrolyticky vyleštěné duplexní korozivzdorné oceli. Výsledky byly potvrzeny mikroskopií snímáním proudu atomárních sil (CSAFM – Current-sensing atomic force microscopy) a Kelvinovou skenovací mikroskopií (SKPFM - Scanning Kelvin probe microscopy), (Obrázek 19). Rozdíl ve výšce topografie austenitické a feritické fáze je přičítán rozdílné rychlosti leptání během

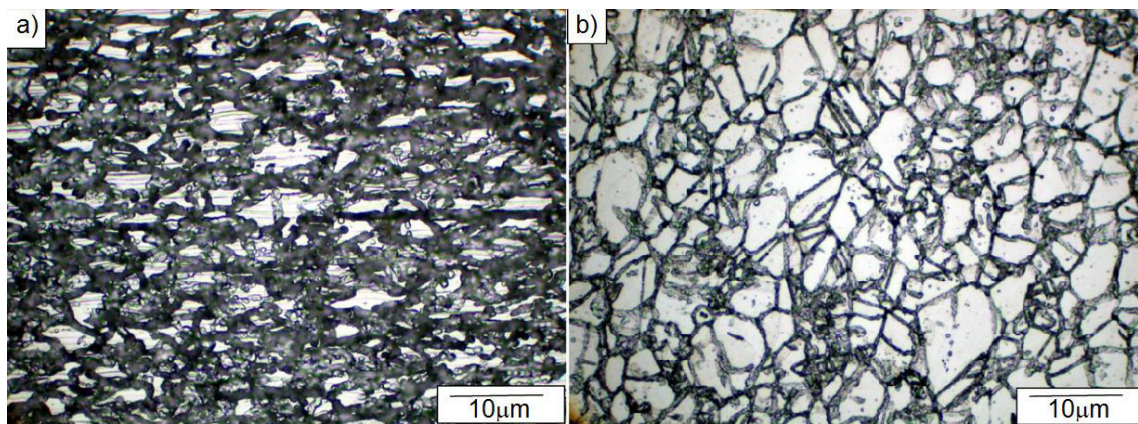
elektrolytického leštění, protože feritická fáze je chemicky více aktivní v leptacím roztoku HNO_3 (1:1, 1,2 V, 20s), (a). Proud procházející austenitem je mnohem vyšší než je tomu ve fázi feritické (b, e), proto se k rozlišení jednotlivých fází může použít mikroskopii snímáním atomárních sil. Bylo zjištěno, že MFM může být využita ke správnému rozlišení austenitické a feritické fáze v elektrolyticky vyleštěné duplexní nerezové oceli. Matrice feritu lze snadno rozlišit díky znázornění magnetických domén v zrnech feritu na obrázku z MFM (c), jenž je způsoben feromagnetickými vlastnostmi feritu. Zatímco paramagnetická austenitická fáze vykazuje jednotnou neorientovanou strukturu. Tyto výsledky byly potvrzeny metodou SKPFM (d). Měření nanoindentace ukázalo, že tvrdost feritu je větší než austenitu (f). [40]



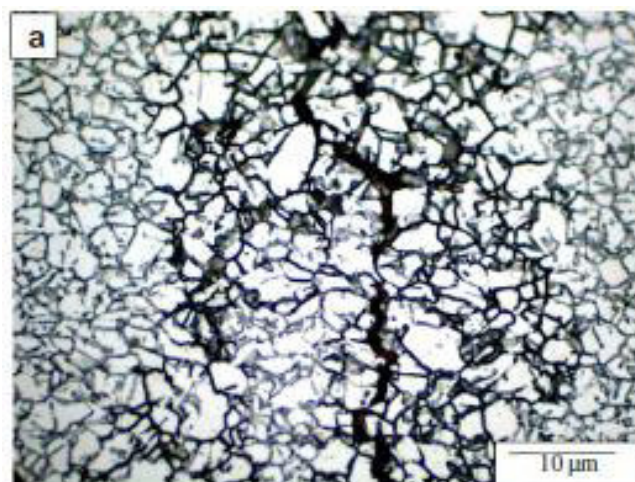
Obrázek 19: (a) Naleptaná struktura duplexní oceli. (b) AFM topografie s profilem v nm plochy vyznačené v (a). (c) MFM obraz plochy vyznačené v (a). (d) SKPFM obraz stejné oblasti jako v (b) a (c). (e) CSAFM obraz s křivkou naměřeného proudu. (f) Výsledný graf měř. [40]

D. N. Wasnik se ve své práci [41] zabývá nalezením příčiny selhání kondenzátorových trubek vyrobených z korozivzdorné oceli s nízkým obsahem niklu typu AISI 304. Poruchy byly pozorovány na tepelně neovlivněných oblastech. Byly provedeny podrobné metalografické testy (elektrolytické leštění, $1\text{A}\cdot\text{cm}^{-1}$, 10% roztok kyseliny šťavelové, 90 s), zkouška odolnosti vůči korozi a analýza pevnosti materiálu, aby bylo možné určit příčinu poruchy. Bylo pozorováno ochuzení hranic zrn o chrom (Obrázek 20), hranice zrn byly zcela obklopeny precipitáty karbidů, v důsledku čehož byla okolní struktura ochuzena o chrom, jehož koncentrace zde klesla na méně než

12 % hmot. Z tohoto důvodu byla zhoršena odolnost materiálu a došlo ke vzniku mezikrystalové koroze (Obrázek 21). Zkouška korozního praskání namáhaného materiálu ukázala, že korozní praskání, které se původně šíří z oblasti ochuzené o chrom postupuje z menší části napříč zrna, ale většina podél jejich hranic. Metodou XRD $\sin^2\psi$ bylo zjištěno zbytkové napětí, které pravděpodobně vzniklo během svařování v důsledku nízké tepelné vodivosti a vysokému koeficientu tepelné roztažnosti korozivzdorných ocelí. Vysoká teplota a prostředí v kondenzátoru působily urychlení koroze, protože docházelo k rychlému tvoření precipitátů karbidů a k senzibilizaci oceli. Bylo pozorováno, že mangan spolu s chromem tvoří karbidy a nitridy, čímž je okolí ochuzováno o chrom. Mangan navíc podporuje tvorbu austenitické fáze a rozpustnost dusíku v oceli. Navíc oceli typu AISI 304 obsahují menší podíl niklu, který zvyšuje odolnost vůči korozi, zlepšuje mechanické vlastnosti a zpracovatelnost za horka i studena. Proto byla navržena výměna trubek kondenzátoru za ocel typu AISI 304 s nutností dodržení kvality během výroby trubek a jejich svařování. [41]

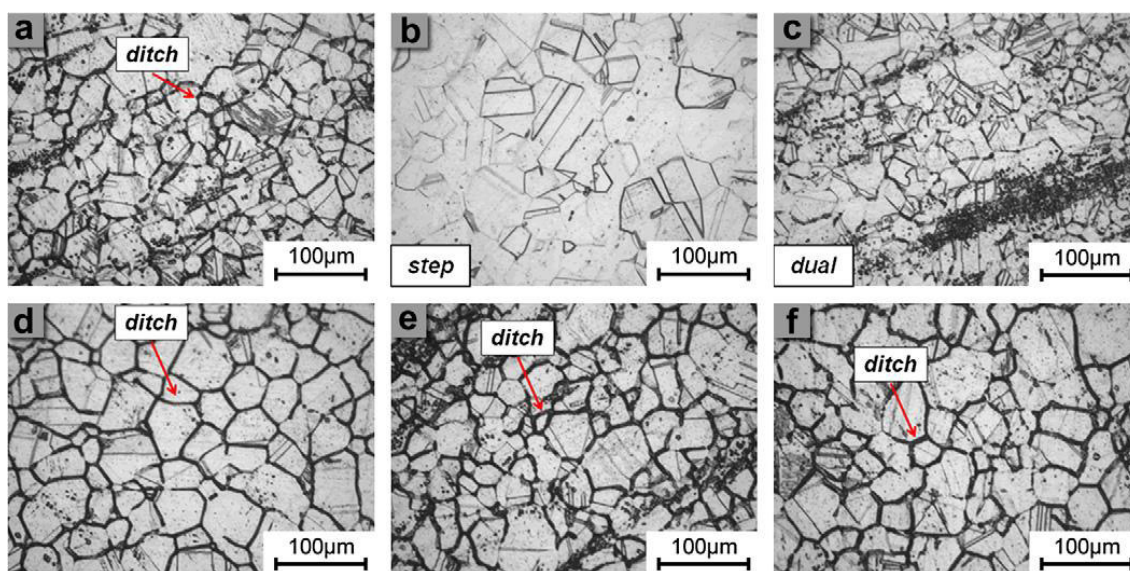


Obrázek 20: Mikrostruktura naleptaná roztokem 10% kyseliny šťavelové (90 s). (a) průřez, (b) povrch. [41]



Obrázek 21: Mezikrystalová koroze na vzorku oceli AISI 204 SS. [41]

C. A. Della Rovere, M. Castro-Rebello a S. E. Kuri se ve své práci zabývali analýzou korozního chování austenitické oceli typu AISI 304 vystavené ohni po dobu 90 minut. Vzorky oceli byly leštěny suspenzí oxidu hlinitého na drsnost 1,0 μm . Poté byly elektrolyticky leptány v 10 % roztoku kyseliny šťavelové za použití kádinky z korozivzdorné oceli jako katody o proudové hustotě 1 A/cm² po dobu 90 s (podle normy ASTM A262). Naleptané struktury byly klasifikovány v závislosti na výskytu karbidů chromu jako „step“ (bez přítomnosti karbidů chromu), „ditch“ (zrna zcela obklopena karbidy chromu) a „dual“ (jednotlivá zrna nejsou karbidy chromu obklopena zcela) a „ditch“ (zrna zcela obklopeny karbidy chromu)⁵. Vyhodnocením pomocí optického mikroskopu (Obrázek 22) bylo zjištěno, že vzorky, které nebyly vystaveny ohni, vykazují „step“ strukturu a polovina vzorků, které ohni vystavené byly, vykazují „ditch“ strukturu. Druhá polovina těchto vzorků vykazuje „step“ a „dual“ strukturu. [42]



Obrázek 22: Snímky získané pomocí optického mikroskopu. (a) vzorek senzibilizovaný v peci, (b) vzorek nevystavený ohni, (c) ohni vystavený vzorek vykazující „dual“ strukturu, (d, e, f) ohni vystavený vzorek vykazující „ditch“ strukturu. [42]

K senzibilizaci oceli dochází při pomalém chlazení z vysokých teplot na kritický interval teplot 425 – 870 °C. V tomto rozmezí teplot, dochází k senzibilizaci v některých částech materiálu, obsah uhlíku překračuje mez rozpustnosti v austenitické fázi a migruje směrem k poruchám, jako jsou hranice zrn, kde s chromem tvoří karbidy. Dochází k lokální ztrátě korozivzdornosti, protože chrom vázaný v karbidech nemůže vytvářet ochrannou vrstvu. Hranice zrn se stávají náchylné ke korozi a tím je umožněna koroze podél hranic zrn. Struktura „ditch“ je tedy pro ocel typu 304 SS nepřijatelná,

⁵ Ditch (angl. brázda, příkop) – po naleptání jsou na hranicích zrn pozorovány oblé propadliny. Step (angl. schod, stupeň) – hranice zrn zůstávají ostré.

protože dochází k senzibilizaci oceli, vlivem ochuzení o chrom v oblasti kolem hranic zrn. [42]

Esmaeil Jafari se ve své práci zabývá korozním chování dvou komerčních korozivzdorných ocelí typu AISI 304 po plastické deformaci. Byl zkoumán vliv teploty během deformace, její rychlosti a legujících prvků, jako jsou chrom, nikl a měď. [43]

K posouzení rychlosti deformace bylo využito metody hlubokého tažení. Tvářitelnost a mechanické vlastnosti obou typů ocelí byly vyhodnoceny s využitím tahové zkoušky. Vliv vzrůstající teploty byl studován při zahřívání vzorku během tahové zkoušky. Test byl prováděn při teplotách 50, 100, 150 a 200 °C. K měření teploty povrchu vzorku byl využit termočlánek, tato teplota byla považována za skutečnou teplotu vzorku. Vzorek byl zahříván až po dosažení požadované teploty a poté byla provedena tahová zkouška. Poté byly provedeny potenciodynamické zkoušky a vyhodnocena korozní odolnost obou ocelí po plastické deformaci. [43]

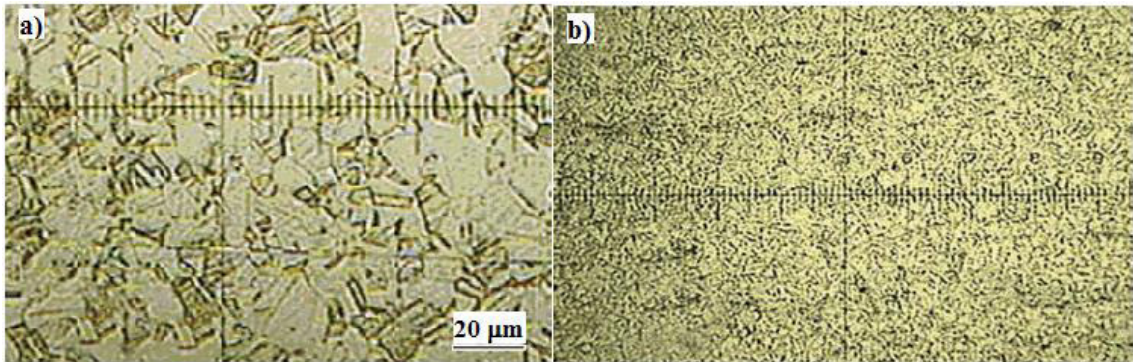
Tabulka 6: Chemické složení dvou typů komerčně vyráběných korozivzdorných ocelí typu AISI 304, použitých pro experiment. [43]

	C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	S	W	Al	V	Co
A	0,045	0,371	1,380	18,038	8,656	0,28	0,260	0,003	0,017	0,077	0,027	0,105
B	0,041	0,641	1,289	17,310	7,752	2,095	0,103	0,008	0,007	0,015	0,072	0,239

Metodou hlubokého tažení bylo zjištěno, že tvářitelnost oceli typu B je vyšší, než je tomu u oceli typu A. K roztržení oceli typu A došlo při rychlosti deformace $0,01 \text{ s}^{-1}$, u oceli typu B to bylo při deformační rychlosti 1 s^{-1} . Původní struktura obou ocelí byla austenitická (Obrázek 23). Po deformaci se vzorek oceli typu A částečně transformoval z austenitu na martenzit (Obrázek 24, a), zatímco struktura vzorku oceli typu B zůstala nezměněna (Obrázek 24, b). [43]



Obrázek 23: Struktura oceli typu a (a) a B (b) před deformací. [43]



Obrázek 24: Struktura oceli typu B (a), a A (b) po deformaci. Lept. 10% kys. Šťavelová, 30 s, bez užití el. proudu. [43]

Z výsledků tahové zkoušky při vzrůstající teplotě bylo zjištěno, že v oceli typu a dochází k transformaci na martenzit již při laboratorní teplotě a teplotách menších než 100 °C, při teplotách vyšších docházelo k transformaci méně. Z toho vyplývá, že plastická deformace má na tvorbu martenzitu u oceli typu a výrazný vliv. U oceli typu B docházelo k transformaci austenitu na martenzit při teplotách větších než u oceli typu A. Vzhledem k tomu, že ke vzniku martenzitu u oceli typu a docházelo již při laboratorní teplotě a plastickou deformací vzniklý martenzit vykazoval v potenciodynamických zkouškách nižší korozní odolnost, byla korozní odolnost oceli typu a vlivem plastické deformace snížena. [43]

Míra transformace austenitu na martenzit je značně ovlivněna obsahem mědi. Měď podporuje existenci austenitu, tím brání transformaci na martenzit. Protože ocel typu B, která má podstatně vyšší obsah mědi než ocel typu a (Tabulka 6) je odolnější vůči transformaci a po plastické deformaci vykazuje lepší korozní odolnost. Na druhou stranu měď navíc podporuje tvorbu karbidů. Dochází k tvorbě karbidů chromu typu $M_{23}C_6$, hranice zrn jsou ochuzeny o chrom a dochází k narušení ochranné vrstvy [23]. Nicméně korozní odolnost oceli typu a je po plastické deformaci stále nižší než u oceli typu B. Aby tedy bylo zabráněno snížení korozní odolnosti oceli typu A, je potřeba zabránit transformaci austenitu na martenzit vlivem plastické deformace. [43]

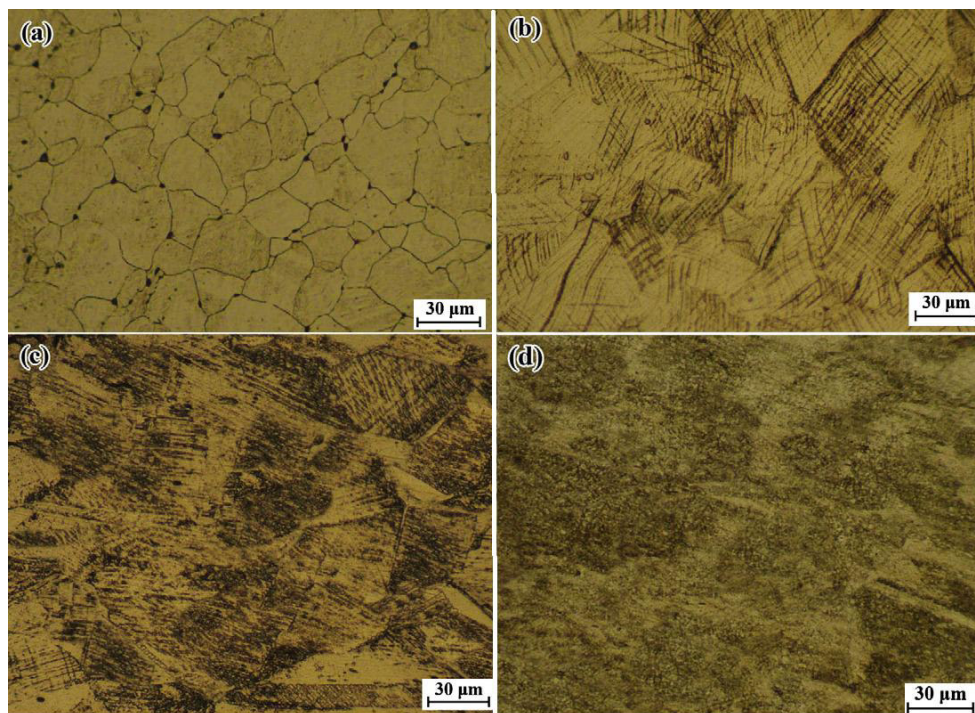
A. Rezaee a kol. se ve své práci zabývali vlivem proměnných (deformace, její rychlost a dráha šíření, původní velikost zrna austenitu a teplota během válcování) na vytvoření martenzitu v korozivzdorné oceli typu AISI 201L. Válcování za studena bylo prováděno při teplotách -40, 10 a 25 °C rychlostmi v rozmezí od 0,1 do 1,2 s⁻¹, s redukcí tloušťky 0 – 95 %. [44]

Tabulka 7: Chemické složení korozivzdorné oceli AISI 201L v hm.%. [44]

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	P	S	N
0,027	5,91	0,51	16,20	3,88	0,08	0,04	0,02	0,04

Martenzit vzniklý plastickou deformací se může objevit ve dvou modifikacích, ε a $\acute{\alpha}$. ε -martenzit je neferomagnetický a má hexagonální mřížku, zatímco $\acute{\alpha}$ -martenzit je feromagnetický a má tetragonální prostorově centrovanou mřížku. Transformace během plastické deformace probíhá z $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \acute{\alpha}$ [45]. Modifikace $\acute{\alpha}$ má na mechanické vlastnosti austenitických korozivzdorných ocelí výrazný vliv, proto je výzkum této modifikace nezbytný pro aplikace ve strojírenství. [44]

Původní austenitická struktura měla izometrická zrna s průměrnou velikostí zrn přibližně 27 μm . Se zvyšující se deformací vlivem válcování za studena roste množství $\acute{\alpha}$ -martenzitu (Obrázek 25). [44]



Obrázek 25: Mikrostruktura za studena válcovaných vzorků s redukcí tloušťky (a) 0 %, (b) 10 %, (c) 25 % a (d) 50 %. Rychlost deformace $0,5 \text{ s}^{-1}$ při teplotě $25 \text{ }^\circ\text{C}$, počáteční velikost zrna 27 μm . [44]

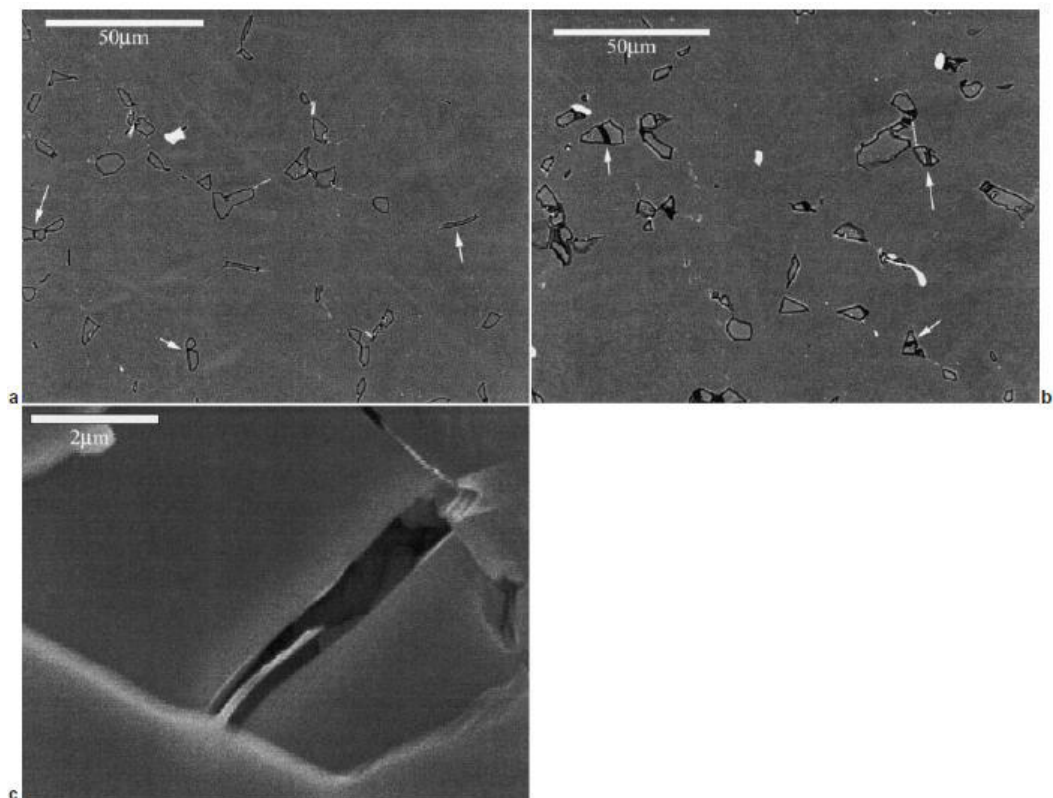
Leštění bylo provedeno elektrolyticky (200 ml HClO_4 + 800 ml vody, 25 V, 60s). Leptání probíhalo 2 – 5 minut v závislosti na obsahu martenzitu v roztoku smíchaném ze složek A a B v objemovém poměru 1:1. Složka A: 0,2 g disiřičitanu sodného ve 100 ml vody, složka B: 10 ml HCl + 100 ml vody. [44]

Z výsledků vyplývá, že zvýšení napětí, rychlosti deformace, původní velikosti zrn, snížení teploty během válcování a využití křížového válcování vedlo ke zvýšení objemového podílu martenzitu ve struktuře. Přičemž snížení teploty válcování a způsobu deformace dráhy šíření mělo na tvorbu martenzitické fáze účinek větší než ostatní proměnné. [44]

J. Erneman a kolektiv se ve své práci zabývali nalezením spolehlivé metody pro provedení měření objemového podílu sigma (σ) fáze v korozivzdorné oceli AISI 347. Byla porovnáována optická mikroskopie (OM) se skenovací elektronovou mikroskopií (SEM) a různé typy leptadel. [46]

Jednotlivé vzorky niobem stabilizované oceli AISI 347 byly odebrány z extrudovaných bezešvých trubek. Část vzorků byla upravována rozpouštěcím žháním při teplotě 1 100 °C po dobu 3 minut a zchlazena ve vodě, aby bylo dosaženo homogenní, správně definované počáteční struktury. U druhé části vzorků byl proveden creep test (zkouška tečení) při teplotě 700 °C po dobu 70 000 hodin. σ -fáze se nejprve vytvářela v místě styku tří zrn, poté na hranicích zrn, a po delší době při vysoké teplotě také na inkoherentních dvojčatech a intragranulárních částicích. [46]

Vzorky byly broušeny SiC papírem a leštěny 3 μm a 1 μm diamantovou pastou. Po leštění se u obou typů vzorků objevily deformace (Obrázek 26). Pro vyvolání struktury bylo testováno několik leptadel, jejich popis je v tabulce 8. Nejlépe definovaných hranic σ -fáze bylo dosaženo s použitím kyseliny šťavelové. Proto byly tyto vzorky využity k další analýze. [46]

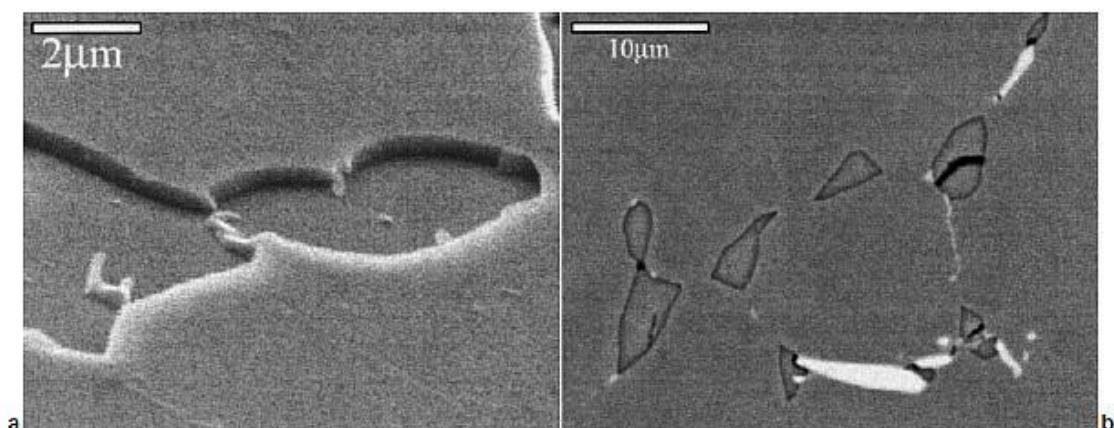


Obrázek 26: a) materiál po statickém stárnutí, b) materiál deformovaný tečením, c) detail praskliny, fragment matrice uvnitř praskliny obklopený σ -fází. [46]

Tabulka 8: Seznam použitých leptadel. [46]

Leptadlo	Podmínky	Poznámka
Murakami ($K_3Fe(CN)_6 + KOH$)	12 s	S využitím světelné mikroskopie slabý kontrast NbC. Žádný kontrast u metody SEM.
Beraha ($(NH_4)HF_2 + K_2S_2O_5 + HCl$)	20 s	Nerovnoměrný kontrast matrice s využitím světelné mikroskopie.
KOH	12 V, 20 s	Precipitáty NbC ztraceny během leptání.
Kyselina šťavelová ($C_2H_2O_4 + 2 H_2O$)	7 V, 20 s	Hranice σ -fáze dobře definované a viditelné s využitím světelné i skenovací elektronové mikroskopie.

U OM bylo pro pozorování využito světlého pole, interferenčního kontrastu a polarizovaného světla, u SEM analýza sekundárních a zpětně odražených elektronů. Nejpřesnějších výsledků bylo dosaženo využitím skenovací elektronové mikroskopie (SEM), analýzou zpětně odražených elektronů u vzorků naleptaných kyselinou šťavelovou (Obrázek 27). Zde si dovoluji s autory polemizovat. Kontrast zpětně odražených elektronů je založen na elektronové hustotě, dané protonovým číslem. Těžké prvky odrážejí primární svazek podstatně lépe než lehčí prvky. Těžké prvky a jejich sloučeniny se tedy na těchto snímcích jeví jako výrazně světlé objekty [47]. S ohledem na přítomnost téměř 0,8 % niobu a 0,3 % molybdenu v uvedené oceli je tedy velmi pravděpodobné, že světlé objekty na obrázku 27 b) nejsou tvořeny fází σ , ale karbidy niobu a molybdenu. [46]



Obrázek 27: σ -fáze zobrazená pomocí SEM analýzou a) sekundárních elektronů, b) zpětně odražených elektronů. [46]

Z provedeného průzkumu současné metalografické literatury vyplývá, že v případě leštění a vyvolání struktury austenitických ocelí se velké oblibě těší užití 10% roztoku kyseliny šťavelové, a to jak v bezproudé, tak v elektrolytické variantě (nyní již standardizováno v normě ASTM A 262). Bližší detaily (proudová a napěťová nastavení, expoziční časy aj.) byly diskutovány v příslušných statích.

Bylo rovněž diskutováno několik jiných leptadel, která se nabízejí jako další alternativy. Z poněkud exotičtějších, a našim pracovištěm dosud neužívaných, technik byly popsány např. AFM s magnetickým kontrastem, rozlišení austenitu a feritu podle elektrického odporu nebo rozlišení podle hloubky naleptání výbrusu. Velmi zajímavá je také informace o terénní přípravě metalografického výbrusu na rozměrných objektech pomocí replikačních technik (standardizováno v normě ASTM E 1351).

4. CÍLE PRÁCE

Cílem předkládané práce bylo zejména shrnutí informací o korozivzdorných ocelích. Experimentální část probíhala paralelně a byla zaměřena na rutinní zvládnutí práce s konvenčně užívanými leptadly (glyceregia a marble).

Z dříve provedených experimentů je patrné, že v případě korozivzdorných ocelí je naleptání struktury problematické a je závislé na řadě faktorů, jako je objem, ve kterém je připravováno leptadlo, poměr jednotlivých složek a samotné složení oceli. Z dostupné základní (a dnes již klasické) literatury (např. [1]) však víme, že těmito prostředky lze připravit velmi kvalitní výbrusy.

Z hlediska primárního významu prováděné práce, kterým je úvodní zvládnutí techniky metalografického výbrusu austenitické oceli, bylo zásadní získání vlastních praktických zkušeností právě s těmito roztoky. Je zřejmé, že na základě zjištěných informací o vlivu jednotlivých složek těchto běžných leptadel bude sekundárně možné získané zkušenosti aplikovat při optimalizaci nejnovějších metody leptání, které byly popsány v rešeršní části.

Konkrétní očekávané závěry budou shrnovat praktické poznatky o optimalizaci přípravy leptadel pro austenitickou ocel a doporučení pro laboratorní praxi dále uplatňovanou v rámci navazujících výzkumů.

5. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Cílem experimentální části bylo nalézt vhodné leptadlo pro metalografické vyvolání struktury korozivzdorných ocelí a optimalizovat jeho složení tak, aby bylo dosaženo reprodukovatelných výsledků. Dalším úkolem bylo dosažení kvalitního výbrusu bez mechanického poškození předchozími úpravami korekcí procesu přípravy vzorků před samotným leptáním.

5.1. Experimentální materiál

Pro experiment byly vybrány dva typy korozivzdorných ocelí, ocel typu 1.4301 (ČSN 17 240, X5CrNi18-10) a ocel typu 1.4404 (ČSN 17 349, X2CrNiMo17-12-2). Použité vzorky byly zalisovány do bakelitu, broušeny až na drsnost 1200 a následně byl povrch vyhlazován diamantovou pastou (0,7 μm) na leštícím kotouči. Takto připravené vzorky byly čištěny nejprve alkalickým odmašťovadlem, poté destilovanou vodou a etanolem. Po očištění vzorků bylo provedeno leptání povrchu, dokud nebyla odhalena struktura slitiny.

5.1.1. Charakterizace materiálu

Ocel typu 1.4301 je chromniklová austenitická nestabilizovaná ocel. Je odolná proti korozi v prostředí běžného typu, tzn. voda, slabé alkálie, slabé kyseliny, průmyslové a velkoměstské atmosféry. Tento typ oceli je náchylný k mezikrystalové korozi v oblasti tepelného ovlivnění. [48]

Tabulka 9: Předepsané prvkové složení oceli typu 1.4301. [35]

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	N
max. 0,07	max. 1,00	max. 2,00	max. 0,045	max. 0,03	17,00- 19,50	11,00- 14,00	max. 0,11

Ocel typu 1.4404 je chromniklmolybdenová austenitická nestabilizovaná nízkouhlíkatá ocel. Tato ocel je odolná proti korozi v průmyslovém prostředí, zvláště odolná je proti důlkové korozi v přítomnosti chloridů. Méně vhodná je pro kyselinu dusičnou a její výpary. Není odolná proti mezikrystalické korozi v oblastech tepelného ovlivnění. [48]

Tabulka 10: Předepsané prvkové složení oceli typu 1.4404. [35]

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
max. 0,03	max. 1,00	max. 2,00	max. 0,045	max. 0,03	16,50- 18,50	2,00- 2,50	11,00- 14,00

5.2. Použité chemikálie

Jako výchozí leptadla byly vybrány Glyceregia (HCl, HNO₃ a glycerol v poměru 3:1:3) a Marble (4g CuSO₄, 20 ml HCl, 20 ml H₂O) [1]. Leptadlo Marble se používá především pro vyvolání struktury niklu, slitin niklu a mědi, niklu a železa a superslitin. Vhodná doba působení tohoto leptadla se pohybuje v rozmezí 5 – 60 s. Jeho aktivitu lze zvýšit přidáním několika kapek kyseliny sírové. Leptadlo Glyceregia je určeno pro austenitické oceli. Odhaluje hranice zrn, fázi sigma a karbidy. Během leštění byl jako lubrikant použit etanol. [1]

Tabulka 11: Vlastnosti použitých chemikálií.

Chemikálie	M_r	w [%]	ρ [g·cm ⁻³]
HCl	36,46	35	1,18
HNO ₃	63,01	65	1,40
C ₃ H ₈ O ₃	92,10	min 99	1,26
CuSO ₄ ·5H ₂ O	159,62	100	3,60
C ₂ H ₅ OH	46,07	min 90	789,00

5.3. Příprava vzorků před leptáním

Jednotlivé vzorky oceli byly dodány ve formě plechů, které bylo nutné nařezat pomocí metalografické pily Discotom 6 na menší části o velikosti přibližně 0,5 × 1,5 cm. Poté byly vzorky zalisovány do tablet v metalografickém lisu CitoPress-10 tak, aby mohla být následně pozorována jejich podélná rovina. Takto připravené vzorky byly upravovány pomocí přístroje na broušení a leštění MTH Kompakt 1031. Při broušení byly použity brusné kotouče drsnosti P-60, P-220, P- 600, P-800 a P-1200. Vybroušené vzorky byly leštěny na leštícím kotouči za použití diamantové pasty (0,7 μm). Vzorky bylo nutné před samotným leptáním očistit, proto byly nejprve omyty destilovanou vodou, poté etanolem a osušeny. Takto připravené vzorky byly následně leptány.

5.4. Pístroje

5.4.1. Metalografická pila Discotom-6

Discotom-6 je univerzální automatické a manuální řezací zařízení od společnosti Struers. Díky principu konstantní rychlosti posuvu zajišťuje minimální deformaci. Umožňuje rychlé řezání tvrdých materiálů díky automatickému snížení rychlosti. [20]



Obrázek 28: Metalografická pila Discotom-6. [20]

5.4.2. Automatický lis CitoPress-10

CitoPress-1 je výkonný upevňovací lis společnosti Struers. Je vybaven hydraulickým systémem, kde je řízen tlak s velmi vysokou přesností, čím je zajištěna bezpečnost křehkých vzorků. Tlak, dobu ohřevu i dobu chlazení lze ovládat jednotlivě, čímž je zajištěna vysoká flexibilita při zalisování vzorku. [20]



Obrázek 29: Automatický lis CitoPress-10. [20]

5.4.3. Metalografická bruska MTH Kompakt 1031

Univerzální přístroj na broušení a leštění Kompakt 1031 je vybaven plynulou regulací otáček v rozmezí 50 – 600 ot/min a optoelektronickou zpětnou vazbou, která udržuje konstantní otáčky i při změně zatížení. Dále je přístroj vybaven elektronickým ukazatelem otáček a ukazatelem okamžitého zatížení. [49]



Obrázek 30: Metalografická bruska MTH Kompakt 1031. [49]

5.4.4. Invertovaný světelný mikroskop – ZEISS AXIO OBSERVER Z1m

Invertovaný světelný mikroskop pro pozorování v odraženém a procházejícím světle. Je vybaven planapochromatickými objektivy s možností přiblížení 5× až 100× včetně imerzního objektivu a modulem pro korelativní mikroskopii. Zařízení umožňuje zvětšení 25× až 1250×, pozorování v polarizovaném světle s otočným analyzátozem a otočnou lambda destičkou. [50]



Obrázek 31: Invertovaný světelný mikroskop ZEISS AXIO OBSERVER Z1m.

5.5. Provedené experimenty

Experimenty byly prováděny nejprve na vzorku oceli typu 1.4301 a poté byl výsledek vyzkoušen na vzorku oceli typu 1.4404. Z výsledku jednotlivých experimentů se odvíjely další úpravy složení leptadel. Během experimentu se upravovaly také metody přípravy vzorku na leptání, aby bylo dosaženo kvalitnějšího naleptání struktury bez deformací vzniklých mechanickou předúpravou a metoda nanášení leptadla.

1. Experiment

- Vzorek korozivzdorné oceli 1.4301 s vybroušeným a vyleštěným povrchem (Diamantová pasta, jemnost zrna 0,7 μm).
- Leptadlo Marble (4g CuSO_4 , 20 ml HCl , 20 ml H_2O) připravené z $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Objem připraveného roztoku byl 40 cm^3 .
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty ponořováním vzorku do roztoku leptadla umístěného v Petriho misce.

2. Experiment

- Vzorek korozivzdorné oceli 1.4404 s vybroušeným a vyleštěným povrchem (Diamantová pasta, jemnost zrna 0,7 μm).
- Leptadlo Marble (4g CuSO_4 , 20 ml HCl , 20 ml H_2O) připravené z $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Objem připraveného roztoku byl 40 cm^3 .
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty ponořováním vzorku do roztoku leptadla umístěného v Petriho misce.

3. Experiment

- Vzorek korozivzdorné oceli 1.4301 s vybroušeným a vyleštěným povrchem (Diamantová pasta, jemnost zrna 0,7 μm).
- Leptadlo Marble připravené z $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ s obsahem HCl 10 ml. Postupně bylo přidáváno po 1 ml HCl pomocí dělené pipety (1 ml).
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty ponořováním vzorku do roztoku leptadla umístěného v Petriho misce.

4. Experiment

- Vzorek korozivzdorné oceli 1.4301 s vybroušeným a vyleštěným povrchem.
- Leptadlo Glyceregia s původním poměrem složek. Objem jednotlivých složek v roztoku byl 3 ml HCl , 1 ml HNO_3 , 3 ml glycerolu.
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty ponořováním vzorku do roztoku leptadla umístěného v Petriho misce.

5. Experiment

- Vzorky obou typů korozivzdorných ocelí s vybroušeným a vyleštěným povrchem.
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty ponořováním vzorku do roztoku leptadla umístěného v Petriho misce.

- Zkoumání vlivu obsahu HNO_3 na účinnost leptadla (Tabulka 12).

Tabulka 12: Tabulka proměnných jednotlivých částí 5. experimentu.

	Typ oceli	Poměr složek (HCl:HNO ₃ :glycerol)	Objem jednotlivých složek V [ml]		
1	1.4301	4:1:4	2	0,5	2
2	1.4404	20:11:20	2	1,1	2
3	1.4301	20:11:20	10	5,5	10
4	1.4301	20:11:20	20	11	20
5	1.4301	20:11:20	40	22	40
6	1.4404	20:11:20	40	22	40

- ke složení č. 1 bylo postupně přidáváno po 0,1 ml HNO_3 pomocí dělené pipety (1 ml).

6. Experiment

- Vzorek korozivzdorné oceli 1.4301 s vybroušeným a vyleštěným povrchem.
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty ponořováním vzorku do roztoku leptadla umístěného v Petriho misce.
- Zkoumání vlivu obsahu HCl na účinnost leptadla. Poměr složek HCl:HNO₃:glycerol 10:11:20. Objem jednotlivých složek v roztoku byl 20 ml HCl, 22 ml HNO₃, 40 ml glycerolu. Postupně bylo přidáváno po 1 ml HCl pomocí dělené pipety (1 ml).

7. Experiment

- Vzorky korozivzdorných ocelí 1.4301 a 1.4404 s vybroušeným a vyleštěným povrchem.
- Leptadlo Glyceregia s poměrem složek 20:11:20. Objem jednotlivých složek v roztoku byl 40 ml HCl, 22 ml HNO₃, 40 ml glycerolu.
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty potíráním vzorku roztokem leptadla pomocí jemného papírového kapesníčku.

8. Experiment

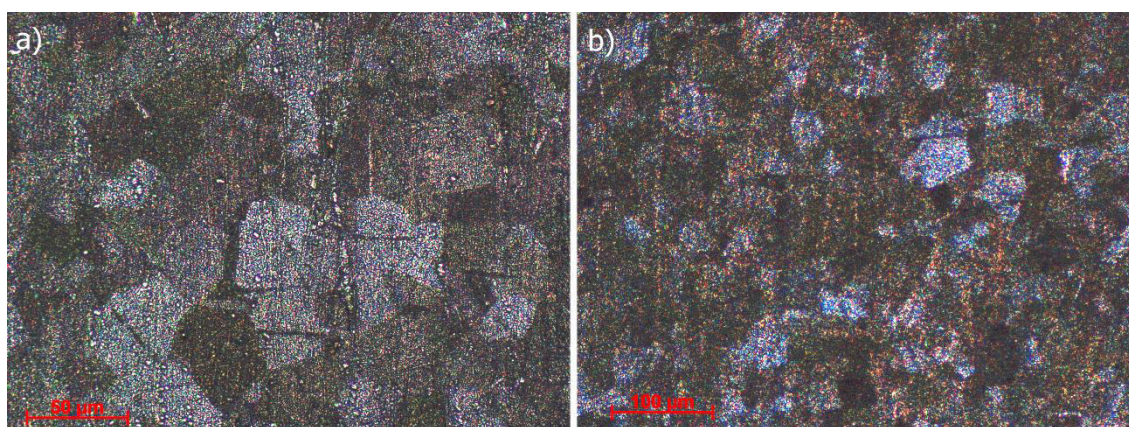
- Vzorek korozivzdorné oceli 1.4301 s vybroušeným a vyleštěným povrchem.
- Zkoumání vlivu obsahu glycerolu na účinky leptadla Glyceregia. Počáteční poměr složek 20:11:10. Objem jednotlivých složek v roztoku byl 40 ml HCl, 22 ml HNO₃, 20 ml glycerolu, postupně bylo přidáváno po 1 ml glycerolu.
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty potíráním vzorku roztokem leptadla pomocí jemného papírového kapesníčku.

9. Experiment

- Vzorek korozivzdorné oceli 1.4301 s vybroušeným a vyleštěným povrchem.
- Optimalizace metody předúpravy snížením tlaku na vzorek během broušení. Úprava způsobu čištění vzorku před leptáním. Postup omytí destilovanou vodou a etanolem byl nahrazen následujícím postupem:
 - a) ponoření vzorku na 1 minutu do ultrazvuku v kádince s alkalickým odmašťovadlem
 - b) ponoření na 1 minutu do ultrazvuku v kádince s destilovanou vodou
 - c) omytí etanolem
 - d) otření jemným papírovým ubrouskem
 - e) osušení proudem vzduchu.
- Leptání vzorku bylo prováděno za laboratorní teploty potíráním vzorku roztokem leptadla pomocí jemného papírového kapesníčku.

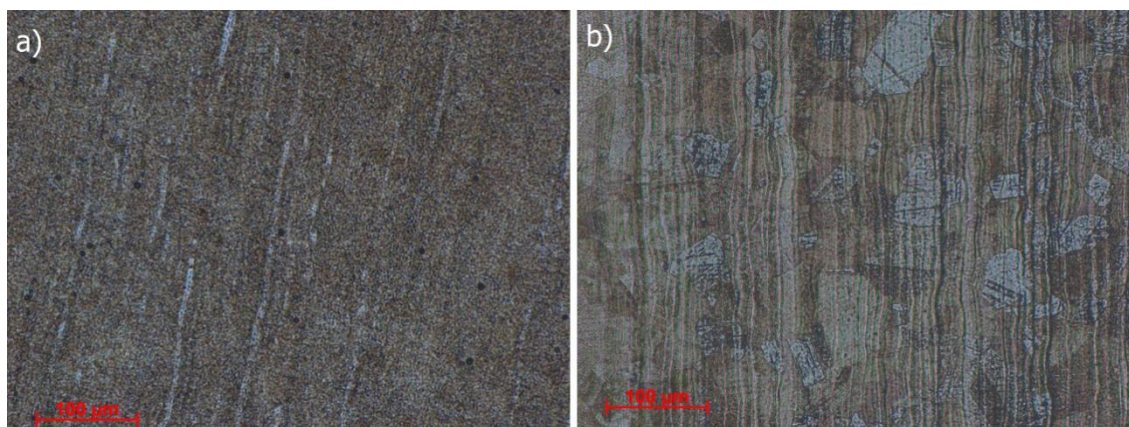
6. VÝSLEDKY A DISKUZE

Pro vyvolání struktury korozivzdorných oceli 1.4301 a 1.4404 bylo nejprve vyzkoušeno leptadlo Marble, jehož základní složení je 4 g CuSO_4 , 20 ml HCl a 20 ml H_2O [1]. V experimentu 1 byl vzorek korozivzdorné oceli typu 1.4301 leptán pomocí leptadla Marble s původním složením. Výsledkem experimentu bylo naleptání struktury (Obrázek 26). Jsou zde patrná jednotlivá zrna, ale jejich hranice jsou špatně rozlišitelné a nejsou také viditelné další prvky struktury. Tyto snímky byly pořízeny v čase leptání 10 s a je zde patrné přeleptání, v kratším čase však vyvolání hranic zrn nebylo patrné (viz příloha Obrázek IV). Literatura uvádí dobu potřebnou k naleptání 5 – 60 s, jedná se ovšem o časový interval vhodný pro leptání niklu a jeho slitin.



Obrázek 32: Struktura korozivzdorné oceli 1.4301 naleptaná pomocí leptacího roztoku Marble (experiment 1), doba leptání 10s. Zvětšení 500× (a) 250× (b).

Korozivzdorná ocel typu 1.4404 vykazovala v porovnání s ocelí typu 1.4301 výsledky lepší (experiment 2). V čase 1 s došlo na první pohled ke zmatnění celého povrchu vzorku. Povrch byl pozorován s využitím invertovaného světelného mikroskopu, ale k vyvolání hranic zrn nebo jiných prvků struktury nedošlo. V čase 5 s jsou již některá zrna patrná lépe, struktura však není čistá a je částečně zahalená (Obrázek 33, příloha Obrázek V).

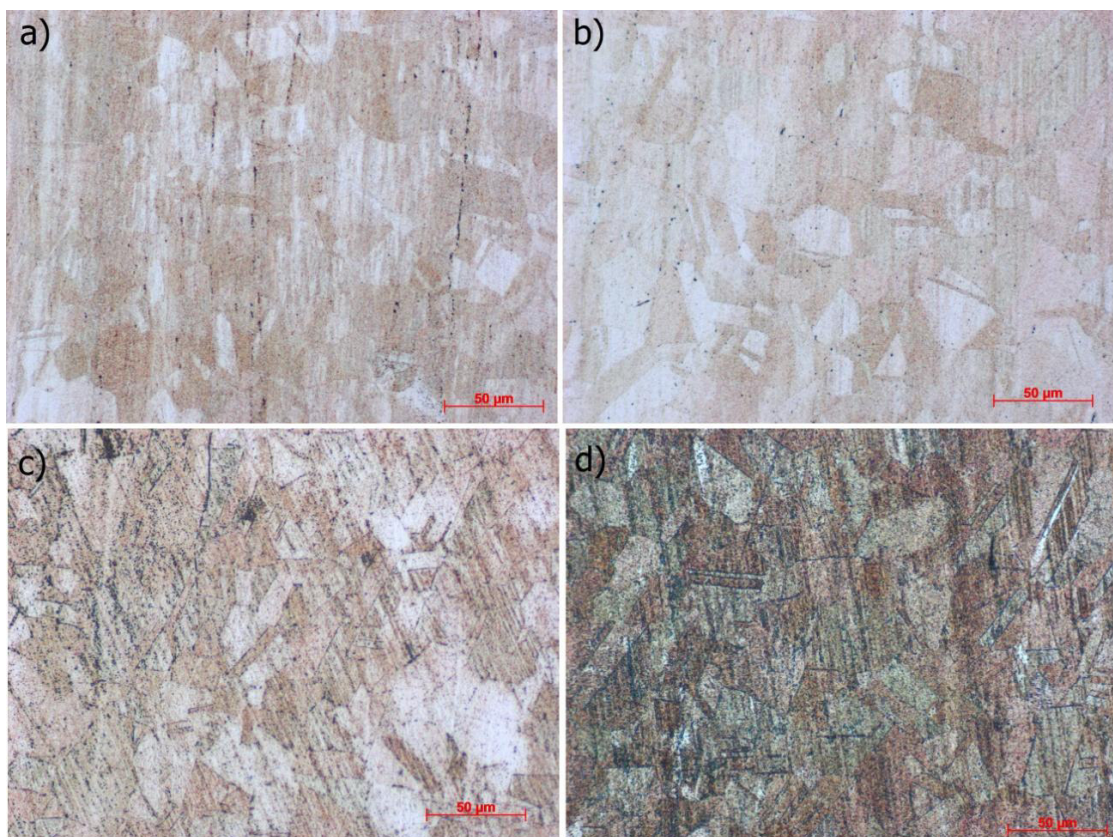


Obrázek 33: Struktura korozivzdorné oceli 1.4404 naleptaná roztokem Marble (experiment 2). (a) doba leptání 1 s (zvětšení 250×), (b) doba leptání 5 s (zvětšení 250×).

Jelikož po provedených experimentech nebylo dosaženo požadovaného naleptání struktury korozivzdorných ocelí, bylo při dalších pokusech měněno přidané množství kyseliny chlorovodíkové (experiment 3). Obsah HCl byl snížen na polovinu, postupně bylo přidáváno po 1 ml HCl a byl sledován vliv přídavku HCl na chování leptadla. Ani změnou obsahu HCl však nebylo dosaženo požadovaného výsledku. Z experimentu 3 nejsou pořízeny žádné fotografie, protože změnou složení nedošlo ke zlepšení vlastností leptadla a nebylo dosaženo naleptání struktury.

Z důvodu nedosažení požadovaných výsledků experimentů prováděných pomocí leptadla Marble, byly dále prováděny experimenty s využitím leptadla Glyceregia. Nejprve byl experiment proveden s leptadlem o složení dle literatury [1], tedy 3 ml HCl, 1 ml HNO₃ a 3 ml glycerolu (experiment 4). Experiment prováděný na vzorku korozivzdorné oceli 1.4301 vykazoval v porovnání s experimenty prováděnými s leptadlem Marble lepší výsledky. Ve struktuře je patrné dvojčatění zrn, samotné hranice zrn však stále nejsou dostatečně výrazné.

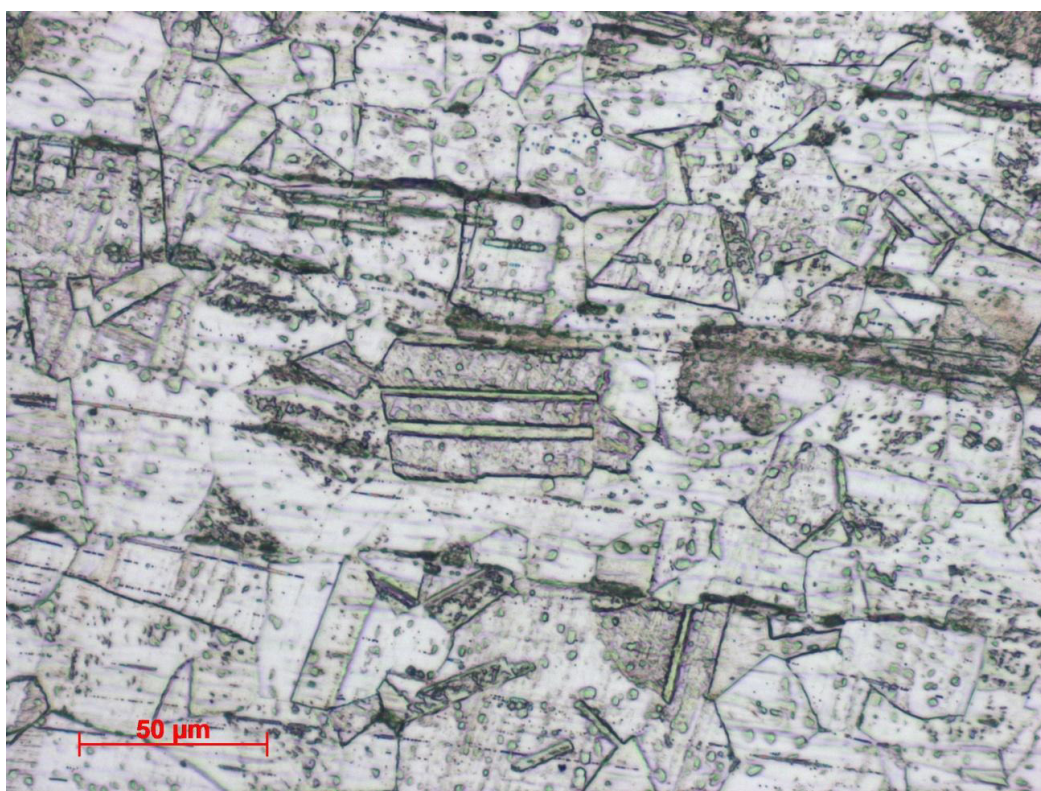
Na obrázku 34 můžeme vidět naleptaný povrch vzorku v časech 15, 20, 25 a 30 s. Je zde vidět, jak postupně dochází k odhalování struktury a vystupují jednotlivá zrna. V části c je vidět, že přestože na některých místech ještě nedošlo k úplnému vyvolání hranic zrn, na jiném místě je již vzorek přeleptaný, působení leptadla tedy není rovnoměrné (patrné nerovnoměrnost složení slitiny, nebo očištění povrchu).



Obrázek 34: Struktura korozivzdorné oceli typu 1.4301 naleptaná roztokem Glyceregia (experiment 4). Doba leptání 15 s (a), 20 s (b), 25 s (c) a 30 s (d). Zvětšení 500×.

Složení leptadla bylo pozměněno na výchozí poměr 2:1:2. Byl snížen obsah kyseliny chlorovodíkové, která plní v leptadle funkci korozivního činidla, aby bylo zabráněno lokálnímu přeleptání vzorku. Obsah glycerolu byl rovněž snížen. Glycerol v leptadle slouží jako modifikátor, omezuje tedy ionizaci.

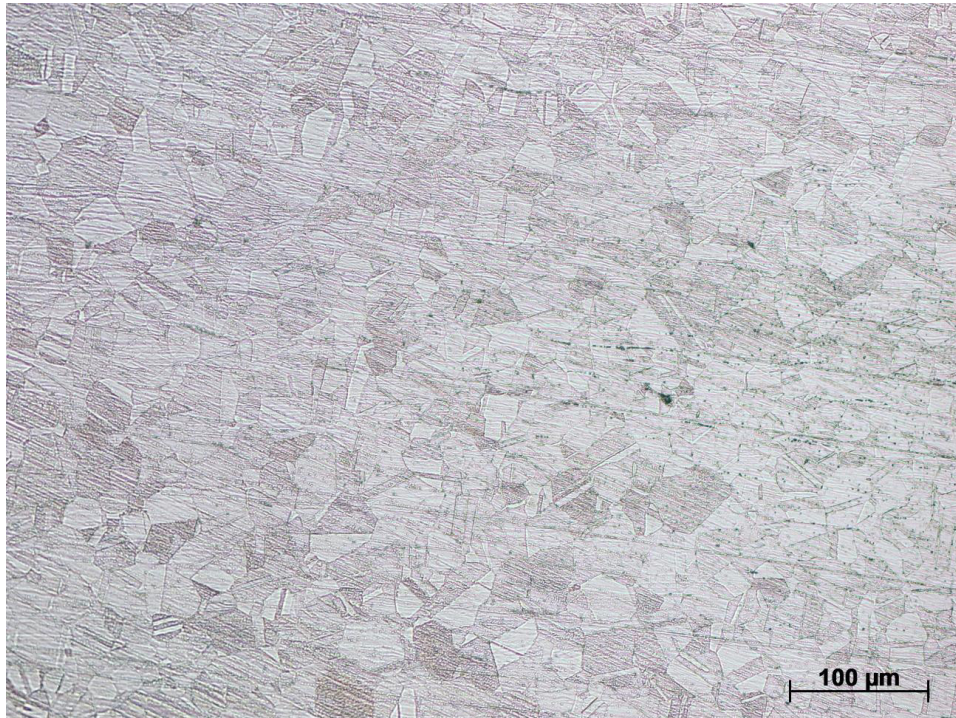
Dále byl zkoumán vliv obsahu kyseliny dusičné (experiment 5). Experiment byl zahájen s leptadlem o složení HCl, HNO₃ a glycerol v poměru 4:1:4, tedy s polovičním množstvím HNO₃, ta byla postupně přidávána po 0,1 ml. Při každé změně složení leptadla byla struktura zkoumána pomocí světelného mikroskopu. Bylo zjištěno, že při složení leptadla HCl, HNO₃ a glycerol v poměru 20:11:20 bylo dosaženo lepších výsledků vyvolání struktury než při naleptání roztokem o původním složení (viz. [1]). Ve struktuře bylo patrné dvojčatění a jednotlivé hranice zrn byly dobře rozlišitelné (Obrázek 35).



Obrázek 35: Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia (Experiment 5, postup č. 2).

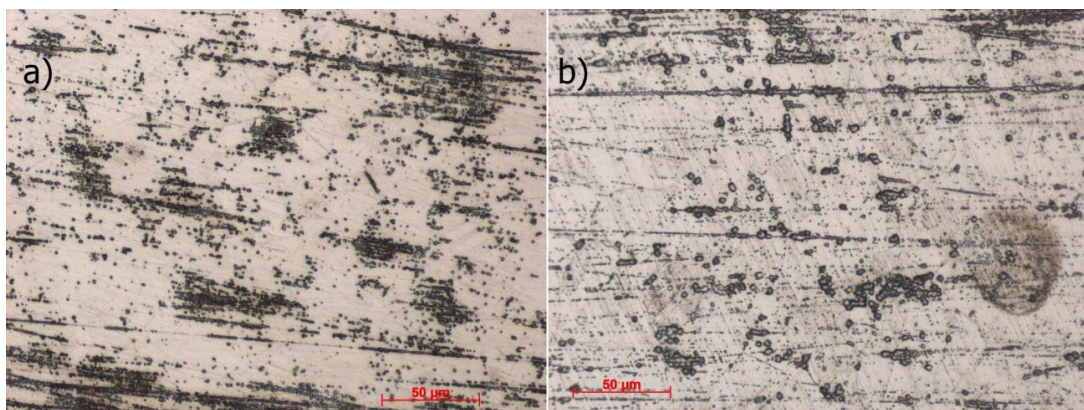
Výsledky vyvolání struktury pomocí leptadla Glyceregia o složení 2 ml HCl, 1,1 ml HNO₃ a 2 ml glycerolu však nebyly reprodukovatelné se stejnými výsledky (Obrázek 36 – výbrus připraven zcela identickým postupem). Tato skutečnost byla přisouzena malým objemům, ve kterých bylo leptadlo připravováno. Celkový objem leptadla byl 5,1 ml. Při takto malých objemech docházelo k chybám, které vznikly hlavně při odměřování glycerolu, jelikož se jedná o velmi viskózní kapalinu, která výrazně ulpívá na stěnách pipety. Z tohoto důvodu byl roztok leptadla připraven ve větším objemu. Roztok byl tedy připraven nejprve v celkovém objemu 25,5 ml, poté v objemu

51 ml. Při tomto objemu však výsledky opět nebyly reprodukovatelné, a proto byl celkový připravovaný objem roztoku zvýšen na 102 ml. Při tomto objemu již výsledky reprodukovatelné byly.



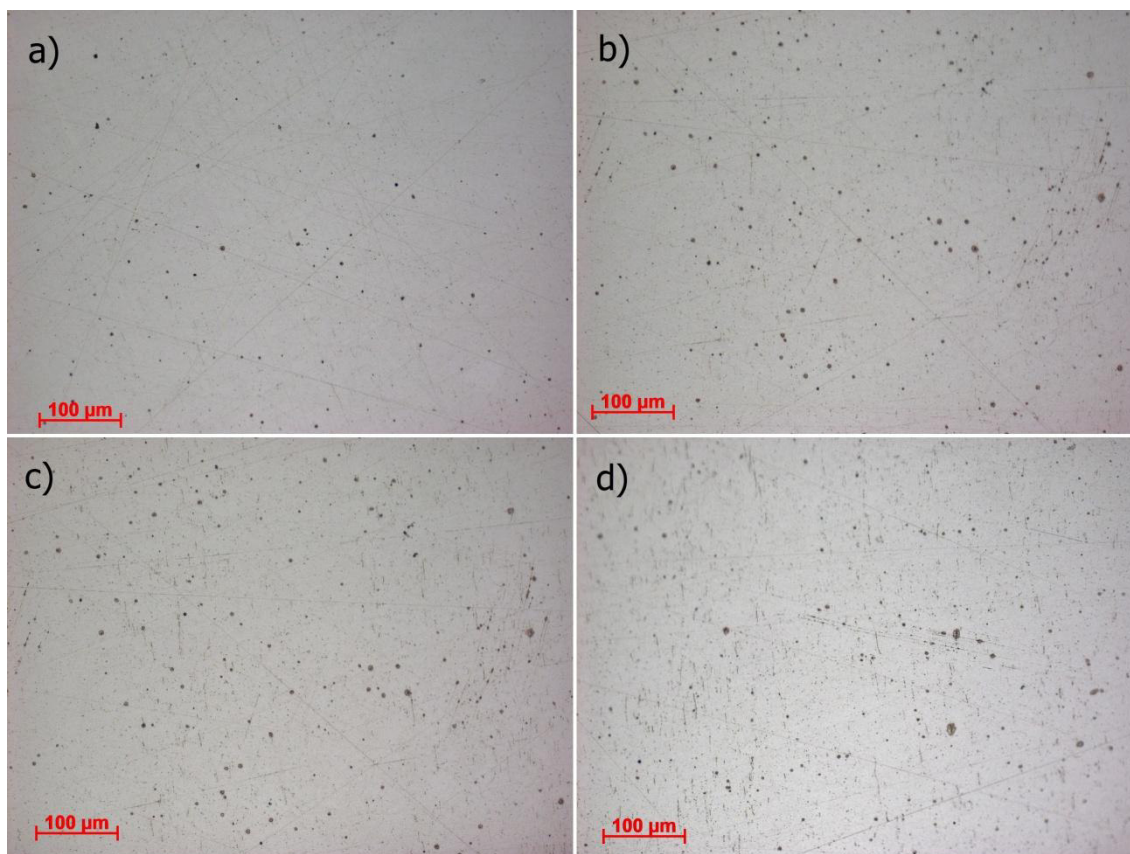
Obrázek 36: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia (Experiment 5, postup 4).

Dále byl zkoumán vliv obsahu kyseliny chlorovodíkové na působení leptadla (experiment 6). Bylo připraveno leptadlo s polovičním obsahem HCl oproti pozměněnému složení (40 ml HCl, 22 ml HNO₃ a 40 ml glycerolu), tedy 20 ml HCl. Postupně bylo přidáváno po 1 ml HCl, vzorek byl leptán ponorem do roztoku leptadla a vzorky byly při jednotlivých změnách složení pozorovány pomocí světelného mikroskopu. Z výsledků bylo patrné nerovnoměrné naleptání povrchu. Okraje vzorku byly na rozdíl od středu vzorku přeleptány. Bylo zjištěno, že snížením obsahu kyseliny chlorovodíkové v leptadle dochází ke vzniku neselektivní koroze, které kopíruje dráhu nanášení leptadla (Obrázek 37).



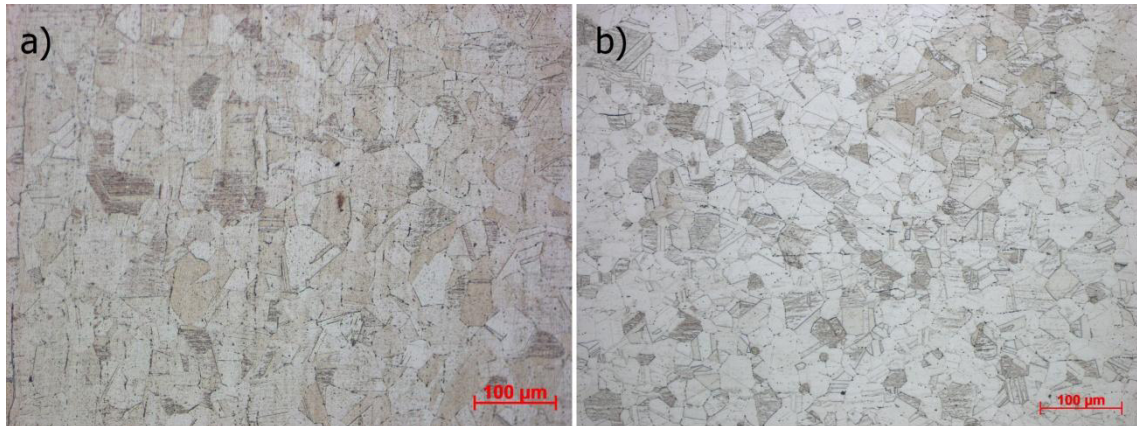
Obrázek 37: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia. (a) složení 34:22:40, 30 s, (b) složení 35:33:40, 20 s

Při zvyšování obsahu kyseliny chlorovodíkové nedošlo k naleptání hranic zrn a na povrchu vzorku bylo patrné mírné napadení povrchu vzorku a nepatrné naleptání karbidových řetězců. (Obrázek 38). Ocel typu 1.4404 vykazovala mnohem menší napadení, což lze očekávat vzhledem k její zvýšené odolnosti vůči korozi (příloha Obrázek VI).



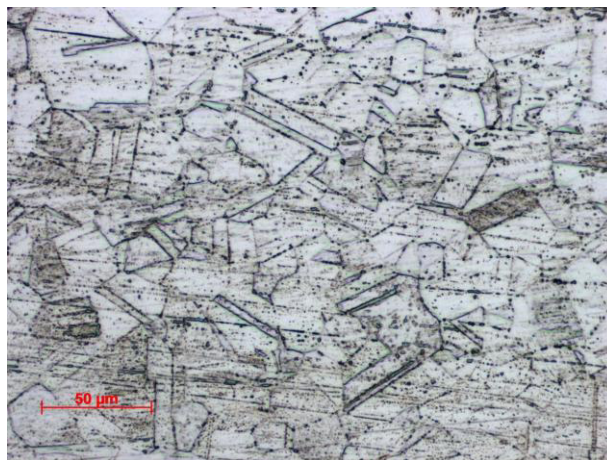
Obrázek 38: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia, složení 45 ml HCl, 22 ml HNO₃ a 40 ml glycerolu. 15 s (a), 30 s (b), 45 s (c) a 60 s (d).

Aby se zlepšila pravidelnost naleptání vzorku, byla metoda leptání ponorem nahrazena metodou leptání potíráním (experiment 7), čímž bylo zabezpečeno rovnoměrné nanášení leptadla na plochu vzorku (Obrázek 39). Zároveň se zajistil dostatečný přísun vzdušného kyslíku ke vzorku a tím byla zvýšena účinnost leptadla a zkrácena doba potřebná k vyvolání struktury. Z obrázku 33 je patrné zkrácení doby působení leptadla ze 170 s, které byly potřeba na vyvolání struktury oceli typu 1.4404 na 100 s, přičemž kvalita naleptání hranic zrn se zároveň zvýšila.



Obrázek 39: Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia (40 ml HCl, 22 ml HNO₃, 40 ml glycerolu). Nanášení leptadla a) máčením (doba leptání 170 s), b) potíráním (doba leptání 100 s)

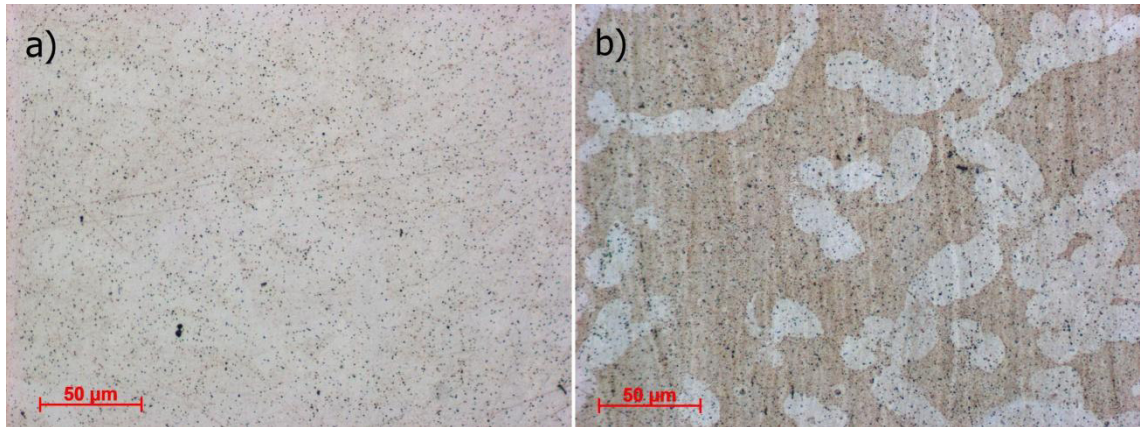
Nevýhodou metody leptání potíráním vzorku byly škrábance, které byly na některých vzorcích patrné, a k jejichž objevení došlo až po naleptání. K jejich vzniku tedy došlo až během samotného leptání a pravděpodobně byly způsobeny mechanickým otěrem jemným papírovým ubrouskem, pomocí něhož bylo leptadlo nanášeno na vzorky (Obrázek 40). Tento nežádoucí jev byl odstraněn snížením tlaku při nanášení leptadla.



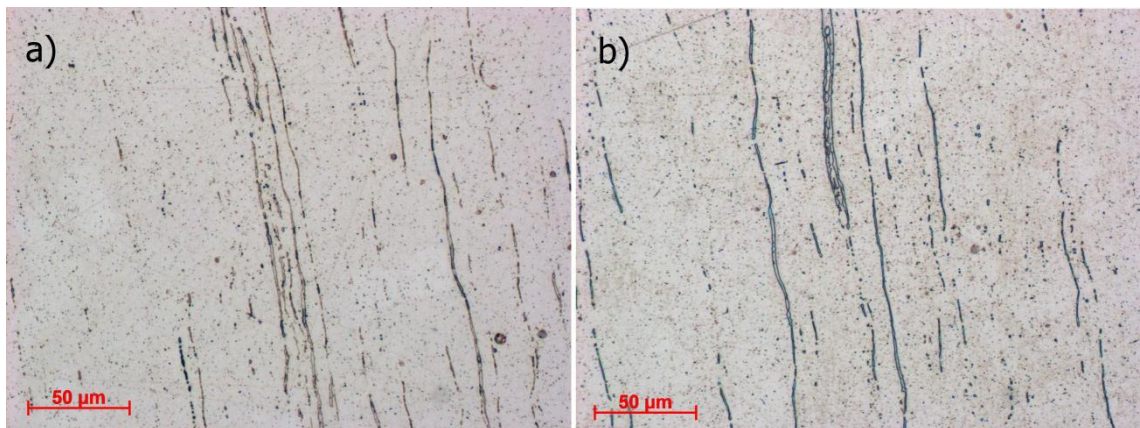
Obrázek 40: Ocel typu 1.4301, leptání potíráním roztokem leptadla.

Při upravování poměru obsahu glycerolu vůči ostatním složkám leptadla (experiment 8) bylo zjištěno, že při snížení tohoto poměru dochází k neselektivní korozi na povrchu vzorku. Při mírném snížení obsahu glycerolu (asi do 1 ml) dochází k částečnému naleptání hranic zrn, při dalším snížení obsahu glycerolu k vyvolání hranic zrn nedochází. K neselektivní korozi dochází v důsledku příliš vysoké aktivity oxoniového kationtu v závislosti na komplexnosti chemického složení vzorku a jeho stavu. Účinky leptadla na vzorek tedy závisí na čistotě – obsahu nekovových vměstků,

dále na defektech krystalové mřížky – dislokacích, hranicích zrn, také na vnitřním pnutí apod. V případě oceli 1.4404 však došlo alespoň ke zvýraznění karbidových řetězců. (Obrázek 41, 42)

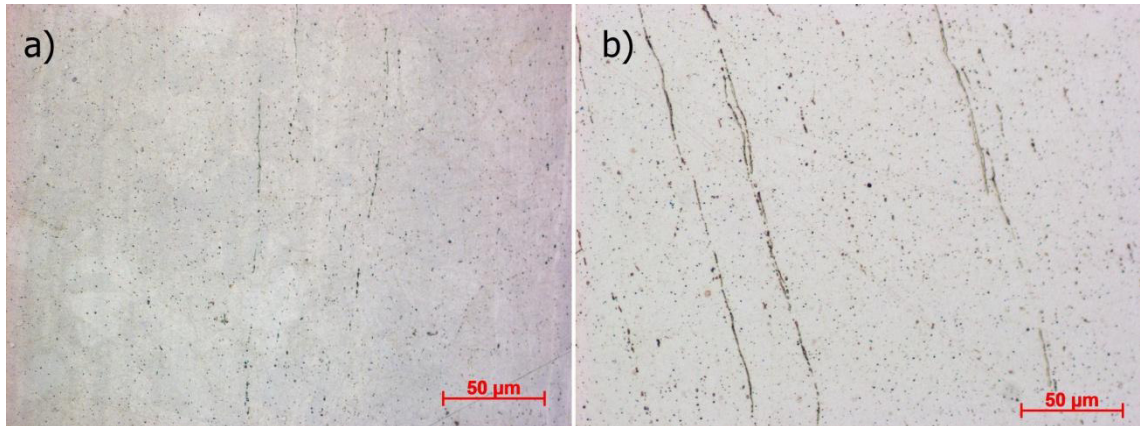


Obrázek 41: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia (složení 40 ml HCl, 22 ml HNO₃, 35 ml glycerolu). Doba leptání a) 30 s, b) 60 s.



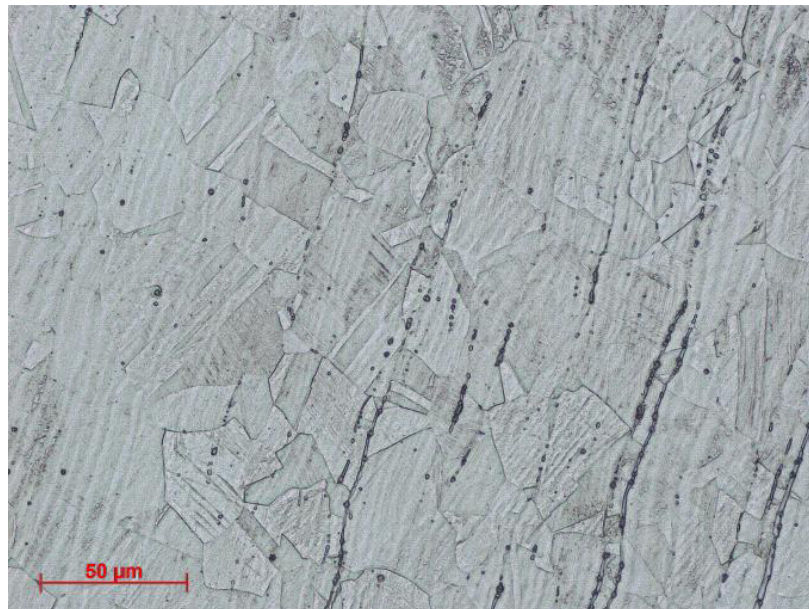
Obrázek 42: Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia (složení 40 ml HCl, 22 ml HNO₃, 35 ml glycerolu). Doba leptání a) 30 s, b) 60 s.

Při zvýšeném obsahu glycerolu dochází k mírnému napadení povrchu, ale nedochází k naleptání hranic zrn (Obrázek 43). Důvod napadení vzorku neselektivní korozi při zvýšeném obsahu glycerolu je nejasný a vzhledem ke složitosti metalografické chemie i těžko objasnitelný.



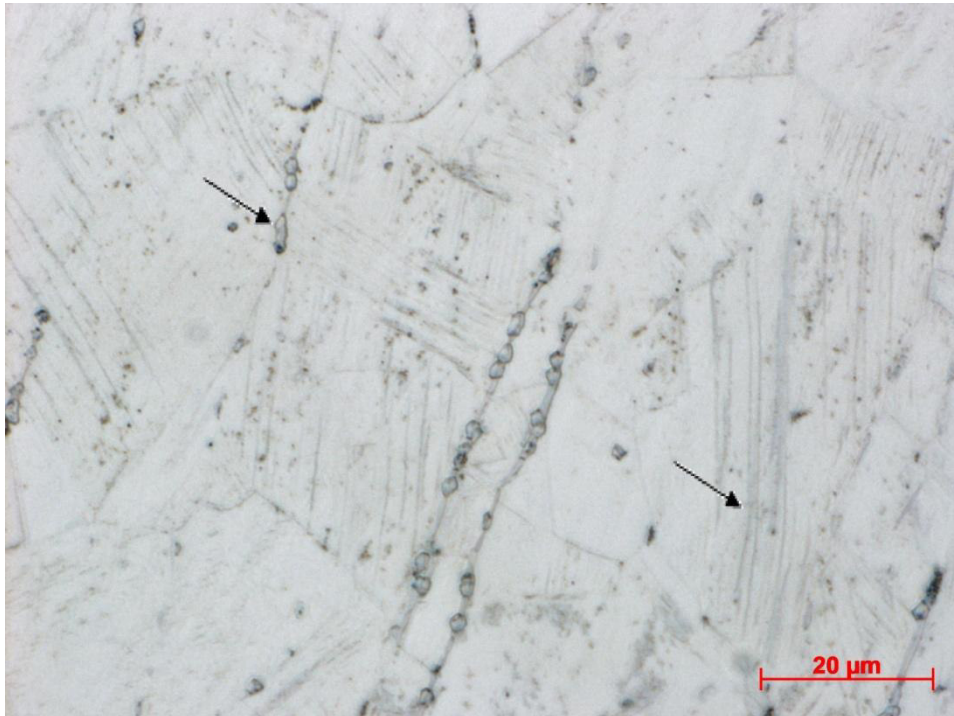
Obrázek 43: Leptadlo Glyceregia (složení 40 ml HCl, 22 ml HNO₃ a 45 ml glycerolu). Ocel typu a) 1.4301, b) 1.4404.

Výsledkem úpravy složení leptadla glyceregia bylo tedy leptadlo o složení 40 ml HCl, 22 ml HNO₃ a 40 ml glycerolu. Při tomto složení docházelo k nejlepšímu naleptání struktury korozivzdorných ocelí 1.4301 a 1.4404 a k vyvolání dalších prvků struktury, jako jsou například karbidy, sulfidy, aj. (Obrázek 44).

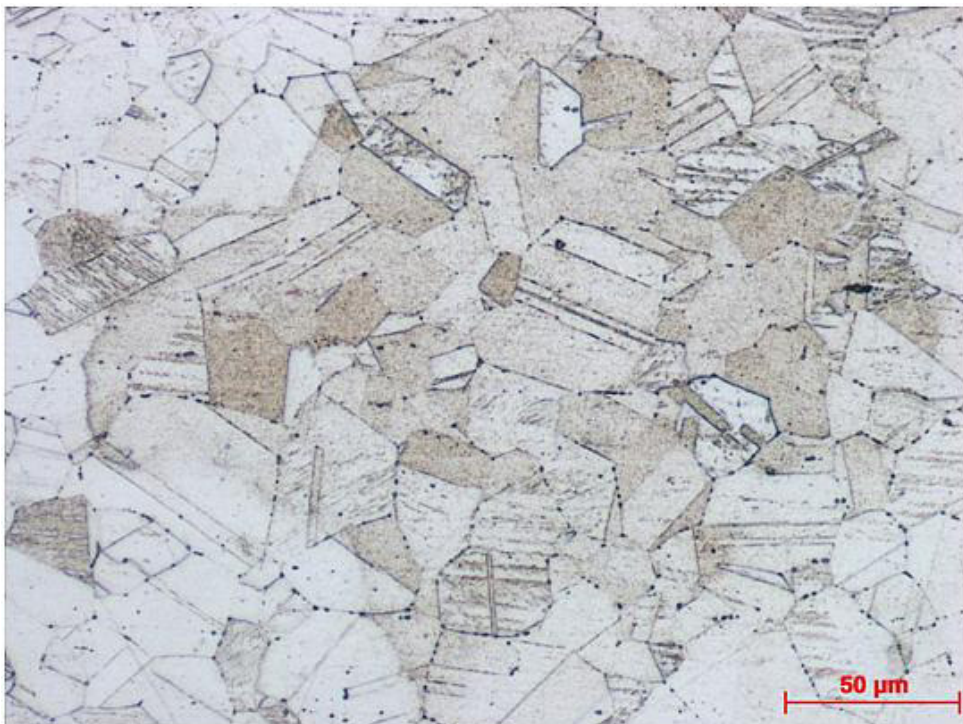


Obrázek 44: Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia (40:22:40, 30s).

Při kratší době leptání se podařilo naleptat také δ -ferit (Obrázek 45). Ve struktuře lze rozlišit také deformační dvojčata. Po úplném naleptání struktury jsou viditelné nejen hranice jednotlivých zrn, ale také karbidy na hranicích, skluzové roviny nebo dvojčata (Obrázek 46).



Obrázek 45: Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia (40:22:40, 30s) Naleptání delta feritu (šipka vlevo) a deformačních dvojčat (šipka vpravo), zvětšení 1250 \times .



Obrázek 46: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia (40:22:40, 100 s).

7. ZÁVĚR

V této bakalářské práci byla krátce shrnuta historie metalografie a okolnosti vzniku tohoto vědního oboru. Součástí teoretické části bylo rozdělení korozivzdorných ocelí podle typu struktury a jednotlivé typy byly charakterizovány. Dále byl popsán základ postupu předúpravy vzorku před metalografickou analýzou a jeho jednotlivé kroky. Byl podán také stručný popis makro a mikrostruktury a krátký přehled nejběžnějších metod využívaných k jejich vyvolání. Dále byl stručně vysvětlen princip světelné mikroskopie a popsán metalografický mikroskop. Teoretická část se zabývá také užitnými vlastnostmi ocelí a metodami jejich testování. V rámci literární rešerše byly popsány neaktuálnější problémy v oblasti metalografického studia korozivzdorných ocelí.

V rámci experimentální části byla provedena optimalizace složení leptadla pro vyvolání struktury korozivzdorné oceli. Na základě vyhodnocení experimentů bylo zjištěno, že při provedených úpravách koncentrací složek leptadla Marble nebylo dosaženo optimálního naleptání struktury. Naopak s využitím leptadla Glyceregia bylo po úpravě složení dosaženo požadovaného naleptání. Zvýšením poměru kyseliny dusičné vůči ostatním složkám v leptadle Glyceregia a snížením obsahu kyseliny chlorovodíkové a glycerolu, bylo získáno kvalitnější naleptání struktury. Leptadlo glyceregia tedy vykazuje lepší vlastnosti při vyšším poměru HNO_3 , tuto vlastnost však má leptadlo pouze v přesném poměru 2:1,1:2 a proto je vhodnější připravovat leptadlo ve větším objemu (40 ml HCl, 22 ml HNO_3 , 40 ml glycerolu, viz příloha str. 73, 74).

Pozorováním vlivu kyseliny chlorovodíkové na účinnost leptadla Glyceregia bylo patrné, že zvýšením jejího poměru se zhoršuje kvalita naleptání hranic a na povrchu vzorku bylo patrné mírné napadení. Ocel typu 1.4404 vykazovala mnohem menší napadení, což lze očekávat vzhledem k její zvýšené korozní odolnosti. Při sníženém obsahu HCl byl pozorován vznik neselektivní koroze podél dráhy nanášení leptadla. Vliv na tvorbu neselektivní koroze měl také obsah glycerolu. Při mírném snížení poměru glycerolu k částečnému vyvolání hranic zrn docházelo, radikálním snížením jeho poměru vůči ostatním složkám a tedy zhoršením schopnosti bránit ionizaci, k napadení vzorku a hranice zrn již viditelné nebyly. Příčinou vzniku neselektivní koroze je s největší pravděpodobností příliš vysoká aktivita oxoniového kationtu. Ten napadá vzorek v závislosti na komplexnosti chemického složení a na jeho stavu. Účinky leptadla na vzorek tedy závisí na čistotě – obsahu nekovových vměstků, dále na defektech krystalové mřížky – dislokacích, hranicích zrn, také na vnitřním pnutí apod. Při zvýšeném obsahu glycerolu dochází k mírnému napadení povrchu, ale nedochází k naleptání hranic zrn. Příčina napadení vzorku při zvýšeném obsahu glycerolu je nejasná. Chemismus reakcí metalografických metod je velmi složitý a závisí na vlastnostech a složení materiálu. Korozivzdorné oceli obsahují velké množství legujících prvků, z nichž některé tvoří i nežádoucí sloučeniny, které mají nižší odolnost vůči korozi a mohou být příčinou lokálního napadení vzorku.

Zlepšení vyvolání struktury bylo dosaženo také úpravou nanášení leptadla na vzorek. Metoda leptání ponorem byla nahrazena metodou leptání potíráním, čímž bylo dosaženo pravidelnosti naleptání a zkrácení času potřebného k vyvolání struktury. Příčinou bylo umožnění přístupu většího množství kyslíku ke vzorku a tedy zvýšení účinnosti

leptadla. Nevýhodou metody leptání potíráním vzorku byly škrábance, jejichž vzniku bylo zabráněno snížením tlaku při nanášení leptadla.

Výsledkem úpravy složení leptadla glycerie bylo tedy leptadlo o složení 40 ml HCl, 22 ml HNO₃ a 40 ml glycerolu. Při tomto složení docházelo k nejlepšímu naleptání struktury korozivzdorných ocelí 1.4301 a 1.4404 a k vyvolání dalších prvků struktury, jako jsou například karbidy, růstová a deformační dvojčata nebo δ-ferit.

Pro další práce na metalografických výbrusech austenitických ocelí můžeme po shrnutí literárních i vlastních poznatků doporučit přípravu roztoků v dostatečně velkých objemech (pro zajištění reprodukovatelnosti) a jako perspektivní alternativu k dříve užívaným leptadlům navrhneme používat 10 % roztok kyseliny šťavelové s případným využitím zdroje stejnosměrného proudu.

Úkoly a cíle vytýčené zadáním bakalářské práce byly splněny.

8. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] VANDER VOORT, George F.: *Metallography, principles and practice*. Materials Park, Ohio: ASM International, 1999, xiv, 752 p. ISBN 08-717-0672-5.
- [2] BRENNER, Otakar. Korozivzdorné oceli jako konstrukční materiály. *MM Průmyslové spektrum*. 2003, roč. 2003, č. 4.
- [3] BRAMFITT, B a Arlan o BENSCOTER. *Metallographer's guide: practice and procedures for irons and steels*. Materials Park, OH: ASM International, 2002, xiii, 354 p. ISBN 08-717-0748-9.
- [4] KONEČNÁ, Radomila a Stanislava FINTOVÁ. *Praktická metalografia* [online]. Žilina: Žilinská univerzita, 2010 [cit. 2013-11-04]. Dostupné z: http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/10/Prakticka_Metalografia.pdf
- [5] ČSN EN 10027-2 /42 0928/. *Korozivzdorné oceli - Část 2: Technické dodací podmínky pro plech a pás z ocelí odolných korozi pro všeobecné použití*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2005. Třídící znak 42 0928.
- [6] GEELS, Kay. *Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis, and Hardness Testing*. U.S.A.: ASTM International.
- [7] FONTANA, Mars Guy. *Corrosion engineering*. 3rd ed. New York: McGraw-Hill, c1986, xix, 556 p. ISBN 00-702-1463-8.
- [8] D. W. Humphries, *The Oxford Dictionary of National Biography* [online]. Oxford: Oxford University Press, 2004-09-23 [cit. 2013-12-04]. DOI: 10.1093/ref:odnb/36196.
Dostupné z: <http://www.oxforddnb.com/view/article/36196>
- [9] Sourmail, T., Bhadeshia, H. K. D. H.; *Stainless steels* [online]. University of Cambridge. Dostupné z: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/abstracts/annealing.twin.html>
- [10] CALLISTER, William D. *Materials science and engineering: an introduction*. 3rd ed. New York [etc.]: John Wiley, 1994. ISBN 04-713-0568-5.
- [11] *Corrosion Resistant Alloys*. NIPPON YAKIN KOGYO CO., Ltd. Nippon Yakin Kogyo [online]. 2014 [cit. 2014-05-05]. Dostupné z:

- <http://www.nyk.co.jp/en/products/alloys/corrosion/329j31.html>
- [12] SETHNA, Jim. a Brief History of Martensites. CORNELL UNIVERSITY. Laboratory of Atomic and Solid State Physics [online]. 1996, 12.4.1996 [cit. 2014-05-05]. Dostupné z:
http://www.lassp.cornell.edu/sethna/Tweed/Martensite_History.html
- [13] REED-HILL, Robert E a R ABBASCHIAN. *Physical metallurgy principles*. 3rd ed. Boston: PWS-Kent Pub., c1992, xv, 926 p. ISBN 05-349-2173-6.
- [14] HLUCHÝ, Miroslav, Rudolf PAŇÁK a Oldřich MODRÁČEK. *Strojírenská technologie 1. 3.*, přeprac. vyd. Praha: Scientia, 2002, 173 s. ISBN 80-718-3265-0.
- [15] PINEDO, Carlos Eduardo a André Paulo TSCHIPTSCHIN. Low temperature carburizing of AISI 316L austenitic stainless steel and AISI F51 duplex stainless steel.
- [16] British Stainless Steel Association [online]. 2013 [cit. 2014-05-15]. Dostupné z: <http://www.bssa.org.uk/topics.php?article=121>
- [17] CLINGING, Valerie. *Henry Clifton Sorby*. [online]. Sheffield: The Sorby Natural History Society, 25. 3. 2009 [cit. 2013-11-07]. Dostupné z: <http://www.sorby.org.uk/hcsorby.shtml>.
- [18] SPRING, Kenneth R. a Michael W. DAVIDSON. Depth of Field and Depth of Focus. MicroscopyU [online]. [cit. 2014-05-14]. Dostupné z: <http://www.microscopyu.com/articles/formulas/formulasfielddepth.html>
- [19] ZOBÁČ, Ondřej. Fázová a termická analýza slitin soustavy Sb-Sn-Zn. Brno, 2012. Diplomová práce. Masarykova univerzita. Vedoucí práce doc. RNDr. Jiří Sopoušek, CSc.
- [20] Struers. STRUERS A/S. [online]. 2013 [cit. 2013-11-28]. Dostupné z: http://www.struers.cz/default.asp?top_id=10&doc_id=1321
- [21] Online Industrial Supply Corporation [online]. 2014 [cit. 2014-05-15]. Dostupné z: <http://www.onlineindustrialsupply.com/frasqu.html>
- [22] ČÍHAL, Vladimír. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. Vyd. 1. Praha: Academia, 1999, 437 s. 5485. ISBN 80-200-0671-0.
- [23] Gill, J. P., H. G. Johnstin. *Deep Acid Etch Test. An interpretation for Tool Steels*. Met. Prog., vol. 22, September 1932, pp. 37 – 42.

- [24] BRAMFITT, B. a Arlan O. BENSCOTER. *Metallographer's guide: practice and procedures for irons and steels*. Materials Park, OH: ASM International, 2001, xiii, 354 p. ISBN 08-717-0748-9.
- [25] HORČIČKA, Pavel. *Strukturní stabilita svarových spojů antikoročních ocelí*. Pardubice, 2011. Diplomová práce. Univerzita Pardubice. Vedoucí práce doc. Ing. Eva Schmidová, Ph.D.
- [26] FOLDYNA, Václav a kol. *Materiály a jejich svařitelnost*. 1. vyd. Ostrava : Česká svářečská společnost ANB, ZEROSS, 2000. ISBN 80-85771-85-3.
- [27] Sosnová, M. Korozivzdorné oceli. COMTES FHT a.s., 2009.
- [28] HERRING, Daniel. Sigma-Phase Embrittlement. Industrial Heating [online]. 29. 2. 2012 [cit. 2013-11-22]. Dostupné z: <http://www.industrialheating.com/articles/90371-sigma-phase-embrittlement>
- [29] Heat Tinting Část Iron for Microscopic Examination, *Mater. Methods*, vol. 23, 1946, p. 1053 (see also *Met. Treat. Methods*, vol. 12, Winter 1945 – 1946, p. 236).7
- [30] Emmanuel, G. N. Metallographic Identification of Sigma Phase in 25-20 Austenitic Alloy. *Met. Prog.*, vol. 52, July 1947, pp. 78-79. (see also Sigma Phase and Other Effect of Prolonged Heating at Elevated Temperatures on 25 Per Cent Chromium-20 Per Cent Nickel Steel. *Am. Soc. Test. Mater., Spec. Tech. Publ.* 110, pp 82-99).
- [31] ABC Science. LAWSON, Glen. How does a camera aperture work? [online]. 2010 [cit. 2014-05-15]. Dostupné z: <http://www.abc.net.au/science/articles/2010/07/29/2966484.htm>
- [32] Kegley, T. M. Metallographic etching of type 308 Stainless steel weld metal. *Metallogr. Rev.*, vol. 1, no. 1, 1972, pp. 23-26.
- [33] RADAR WEB WORKS. Metallurgical Supply Co. Inc [online]. 2014 [cit. 2014-04-28]. Dostupné z: <http://metlabsupply.com/index.html>
- [34] KREBS, Charles. Photomicrography setup II. Krebsmicro.com [online]. 2007, 24. 3. 2007 [cit. 2014-04-28]. Dostupné z: <http://www.krebsmicro.com/microsetup2/>
- [35] *Metallograf* [online]. 2002, 26.01.2013 [cit. 2013-11-22]. Informationen über Stahl für Metallografen. Dostupné z WWW: <http://www.metallograf.de/start-eng.htm>.

- [36] Tabor, D.: *The Hardness of Metals*, Oxford University Press, London, 1951.
- [37] JANOVEC, Jiří a Jiří CEJP. ČVUT - FAKULTA STROJNÍ - ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ. *Nauka o materiálu: Struktura a vlastnosti materiálu a jejich zkoušení*. Praha, 2012. Dostupné z: http://umi.fs.cvut.cz/files/3_2__struktura-a-vlastnosti-materialu-a-jejich-zkouseni.pdf
- [38] ČSN EN ISO 6892-1. *Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2009. Třídící znak 42 0310.
- [39] J.M. Pardal, S.S.M. Tavares, B.A.R.S. Barbosa, F.B. Mainier, J.S. Corte, J.P. Pardal, *Investigation of hydrogen embrittlement failure in a steam separator by field metallography*, Engineering Failure Analysis, Volume 35, 15 December 2013, Pages 46-53, ISSN 1350-6307, <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2012.11.001>.
- [40] L.Q. Guo, M.C. Lin, L.J. Qiao, Alex A. Volinsky, Ferrite and austenite phase identification in duplex stainless steel using SPM techniques, Applied Surface Science, Volume 287, 15 December 2013, Pages 499-501, ISSN 0169-4332, <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.09.041>.
- [41] D.N. Wasnik, a failure study of condenser tube manufactured from low nickel stainless steels, Engineering Failure Analysis, Volume 23, July 2012, Pages 69-75, ISSN 1350-6307, <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2012.02.009>. (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135063071200043X>)
- [42] C.A. Della Rovere, M. Castro-Rebello, S.E. Kuri, *Corrosion behavior analysis of an austenitic stainless steel exposed to fire*, Engineering Failure Analysis, Volume 31, July 2013, Pages 40-47, ISSN 1350-6307, Dostupné z: <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.01.044>.
- [43] JAFARI, Esmail. *Corrosion Behaviors of Two Types of Commercial Stainless Steel after Plastic Deformation*. Journal of Materials Science & Technology, 2010, 26.9: 833-838.
- [44] A. Rezaee, A. Kermanpur, A. Najafizadeh, M. Moallemi, H. Samaei Baghbadorani, *Investigation of cold rolling variables on the formation of strain-induced martensite in 201L stainless steel*, Materials & Design, Volume 46, April 2013, Pages 49-53, ISSN 0261-3069.

Dostupné z: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2012.09.054>.

- [45] PADILHA, A. F., P. R. RIOS: Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ Int*, 2002, 42, 325-37.
- [46] ERNEMAN, J., L. NYLÖF, J.-O. NILSSON a H.-O. ANDRÉN. Quantitative metallography of sigma phase precipitates in AISI 347 stainless steel – a comparison between different methods. *Materials Science and Technology*. 2004, vol. 20, issue 10, s. 1245-1251. DOI: 10.1179/026708304225022241. Dostupné z:
<http://www.maneyonline.com/doi/abs/10.1179/026708304225022241>
- [47] GOLDSTEIN, I. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. 3rd ed. New York: Kluwer, 2003, 689 s. ISBN 03-064-7292-9.
- [48] *Inoxspol*. ZVOLSKÝ, Miroslav. INOX, spol. s.r.o. [online]. 2009 [cit. 2013-11-22]. Dostupné z: <http://www.inoxspol.cz/nerezova-ocel-14404.html>
- [49] INTRACO MICRO, spol. s r.o. *Doplňkový sortiment k metalografickým mikroskopům: Broušení a leštění*. Dostupné z:
http://www.intracomicro.cz/ke_stazeni/pdf/257_kompakt-1031.pdf
- [50] *Centrum materiálového výzkumu* [online]. 2013 [cit. 2013-12-05]. Dostupné z:
<http://www.materials-research.cz/>
- [51] Aviation safety investigations & reports. AUSTRALIAN TRANSPORT SAFETY BUREAU. Australian Transport Safety Bureau [online]. 2005, 25.3.2014 [cit. 2014-05-05]. Dostupné z:
http://www.atsb.gov.au/publications/investigation_reports/2005/air/air200501155.aspx
- [52] Wootz. Dlachman - Kruchloid [online]. 2011 [cit. 2014-05-13]. Dostupné z:
<http://dlachman.blog.cz/1103/wootz-pravy-damasek-lity-damasek>

9. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

Fe_2O_3	oxid železitý
FeS	sulfid železnatý
SiC	karbid křemíku
Ot/min	otáčky za minutu
NH_4SH	hydrogensulfid amonný
KHSO_3	hydrogensířičitan draselný
ČSN	česká technická norma
HCl	kyselina chlorovodíková
HNO_3	kyselina dusičná
H_2O	voda
$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$	hexakynoželezitan draselný
KOH	hydroxid draselný
$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$	hexakynoželeznatan draselný
O_2	molekula kyslíku
NA	numerická apertura
ČSN EN ISO	česká technická norma (převzatá norma evropská)
ASTM	normy společnosti ASTM International
FMR	Field Metallographic Replication
MFM	mikroskopie magnetických sil (magnetic force microscopy)
CSAFM	mikroskopie snímáním proudu atomárních sil (Current-sensing atomic force microscopy)
SKPFM	Kelvinovou skenovací mikroskopie (Scanning Kelvin probe microscopy)
AISI	American Iron and Steel Institute
$(\text{NH}_4)\text{HF}_2$	hydrogendifluorid amonný
$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$	disířičitan draselný
C	uhlík
Si	křemík
Mn	mangan
P	fosfor
S	síra

Cr	chrom
Mo	molybden
Ni	nikl
CuSO ₄	síran měďnatý
M _r	relativní molární hmotnost
w	hmotnostní zlomek
ρ	hustota
V	objem
CuSO ₄ ·5 H ₂ O	pentahydrát síranu měďnatého
Al ₂ O ₃	oxid hlinitý
FeS	sulfid železnatý
tzn.	to znamená
Cu	měď
W	wolfram
Al	hliník
V	vanad
Co	kobalt
N	dusík

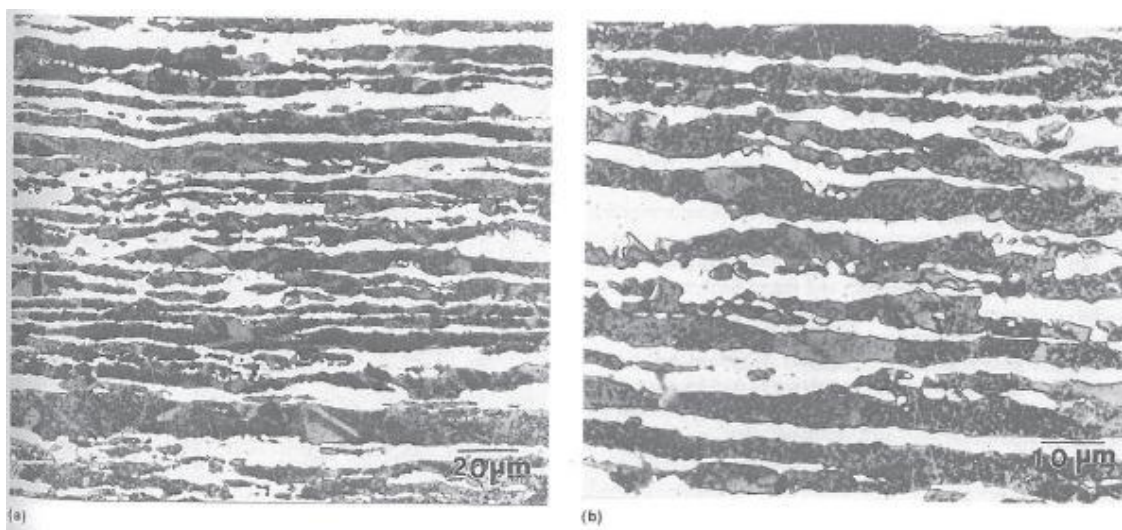
10. PŘÍLOHY

Tabulka A: Vliv některých prvků na vlastnosti ocelí. [3]

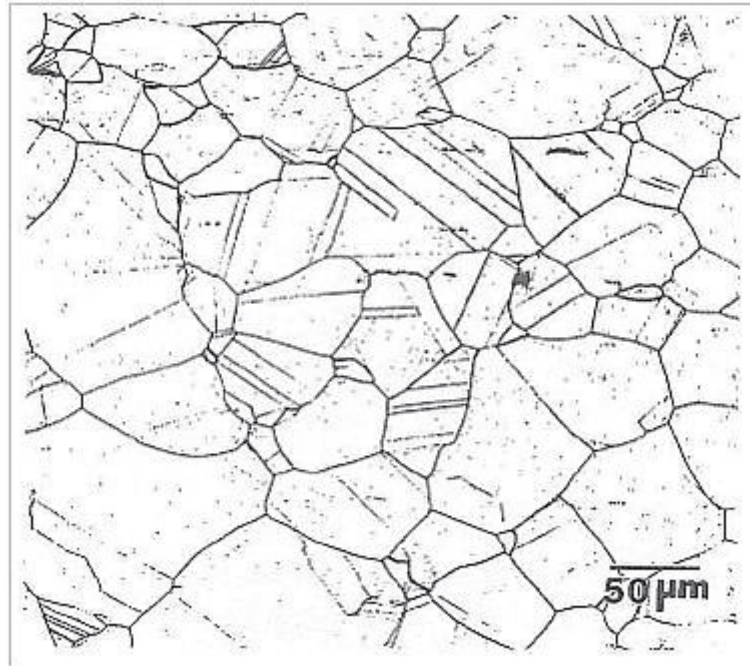
Fosfor (P)	V nízkouhlíkatých ocelích přidáván pro zvýšení pevnosti a tvrdosti. Zlepšuje obrobitelnost. Podporuje tepelné zkřehnutí, zvyšuje sklon k vytvoření trhlin, prasklin a křehkých lomů. Zhoršuje svařitelnost a korozivzdornost. Při vyšším obsahu vytváří nevhodný fosfid železitý (Fe_3P), protože je feritotvorný, zužuje oblast austenitu v diagramu železo-uhlík.
Síra (S)	Přidává se do speciálních typů ocelí pro zlepšení obrobitelnosti. Se železem vytváří sulfid železnatý (FeS), který se železem tvoří binární eutektikum s teplotou tání $985\text{ }^\circ\text{C}$. Během tuhnutí se toto eutektikum vylučuje na hranicích zrn austenitu, tak snižuje plastické vlastnosti oceli. Za vysokých teplot způsobuje „křehkost za červeného žáru“ během sváření, tzn. dochází k lomům podél hranic zrn. Lze potlačit obsahem Mn, Zr, Ti, La nebo Ce.
Křemík (Si)	Zlepšuje pevnost a tvrdost, zlepšuje kalitelnost. Je přidáván do roztaveného železa pro odstranění kyslíku, za vzniku silikátových žilek (vměstky oxidu křemičitého). Nevytváří karbidy. Zlepšuje odolnost vůči oxidaci. Přidává se do speciálních typů ocelí pro zlepšení elektrických a magnetických vlastností a kalitelnosti. Zvyšuje náchylnost k oduhlíčení.
Molybden (Mo)	Zlepšuje pevnost a tvrdost, zlepšuje kalitelnost. Silně karbidotvorný prvek (více než chrom). Zlepšuje vlastnosti při vysokých teplotách, včetně zvýšení meze tečení. Působí proti tepelnému křehnutí. Zlepšuje odolnost vůči korozi u korozivzdorných ocelí.
Měď (Cu)	Přidává se do některých ocelí pro zlepšení odolnosti vůči korozi. Ve speciálních ocelích zvyšuje pevnost a tvrdost během tepelného zpracování. Za pokojové teploty nerozpustná v železe, netvoří karbidy.
Kobalt (Co)	Zlepšuje pevnost a tvrdost, odolnost vůči teplotě. Slabě karbidotvorný. Zhoršuje kalitelnost.
Hliník (Al)	Zvyšuje pevnost a tvrdost zjemňováním zrn. Odkysličovadlo. Silně nitridotvorný. Netvoří karbidy.
Titan (Ti)	Zvyšuje pevnost a tvrdost zjemňováním zrn. Silně karbidotvorný a nitridotvorný. Pomáhá udržet dusík v oceli. Silné odkysličovadlo.
Dusík (N)	Nitridy zpevňují ocel a jejich přítomnost ovlivňuje velikost zrn. Během stárnutí oceli dochází ke shlukování a tvorbě nitridů, což výrazně zvyšuje křehkost – snižuje se tažnost, vrubová houževnatost, mez únavy, zvyšuje se mez pružnosti, pevnosti a tvrdosti. Zvětší se pravděpodobnost vzniku křehkých lomů za nízkých teplot.
Kyslík (O)	Nežádoucí. V kombinaci s ostatními prvky (mangan, křemík, hliník, titan...) vytváří nežádoucí oxidy, které snižují houževnatost a odolnost proti namáhání.
Vodík (H)	Snižuje plastické vlastnosti oceli, způsobuje tzv. vložkovitost, vodíkovou křehkost.



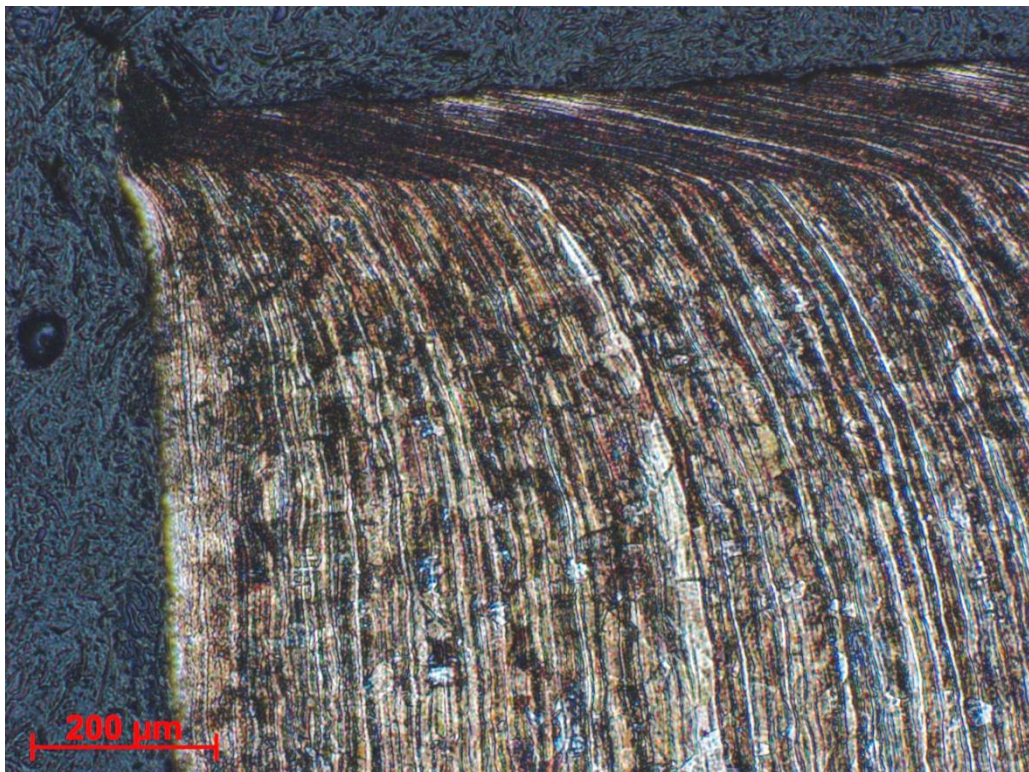
Obrázek I: Henry Clifton Sorby, zakladatel metalografie. [50]



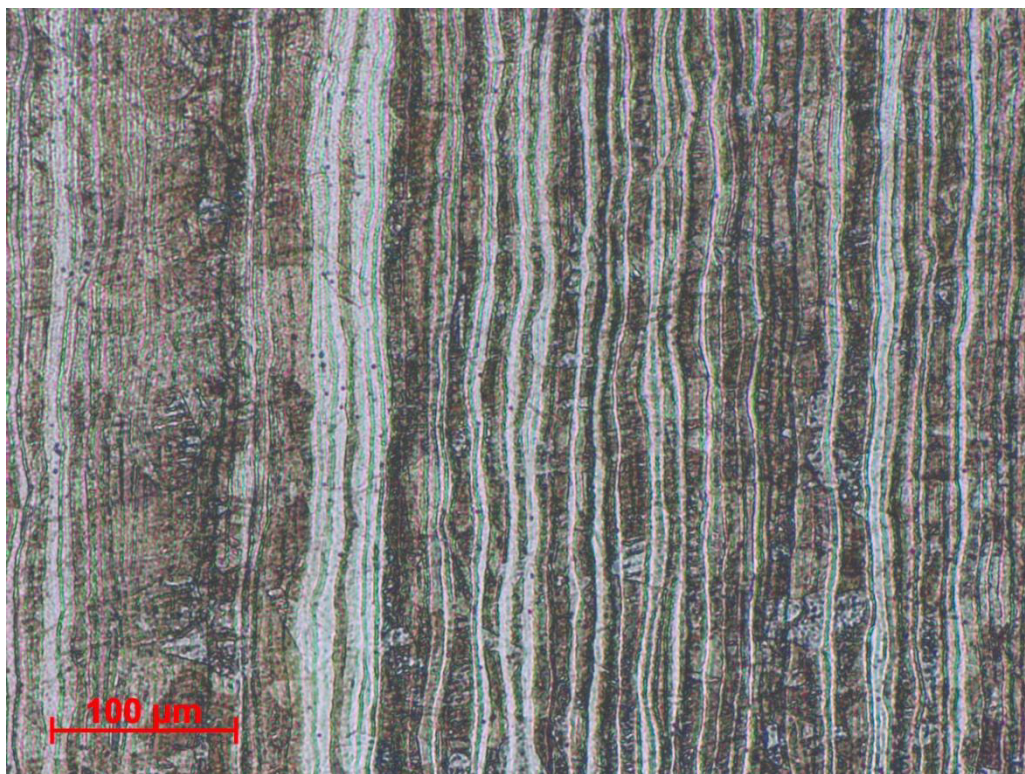
Obrázek II: Duplexní korozivzdorná ocel (AISI 2205) se zvýrazněnou austenitickou fází (tmavá část). Lichtenegger-Bloechovo leptadlo. Zvětšení 500×(a) a 1000× (b). [3]



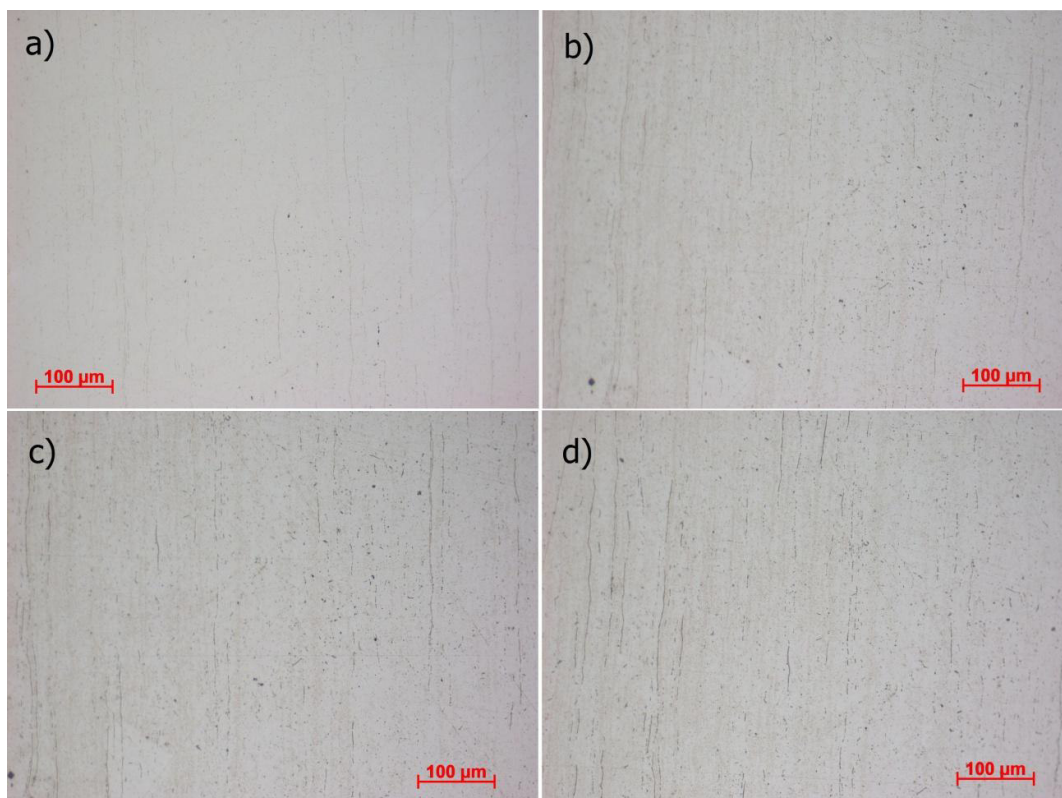
Obrázek III: Hranice zrn a dvojčat u austenitické oceli (AISI/SAE 316). Leptadlo 4% kyselina pikrová a kyselina chlorovodíková. Zvětšení 250×. [3]



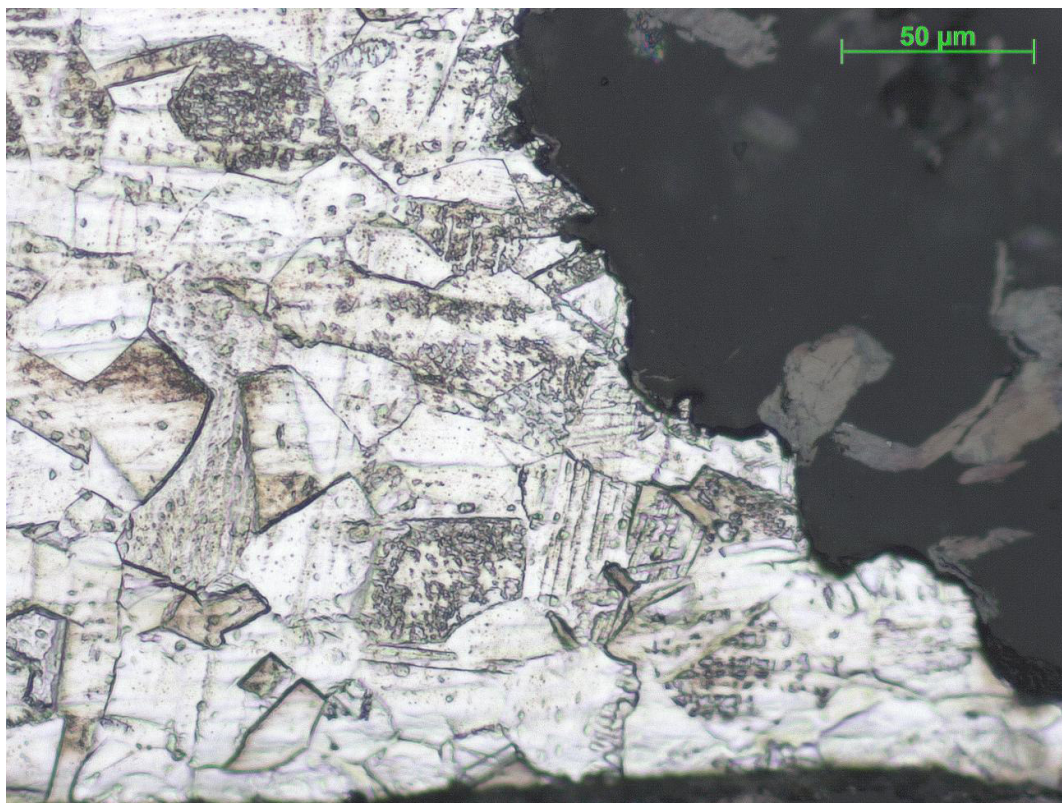
Obrázek IV: Naleptání struktury korozi vzdorné oceli typu 1.4301 pomocí leptadla Marble (experiment 1), doba leptání 5 s. Zvětšení 125×.



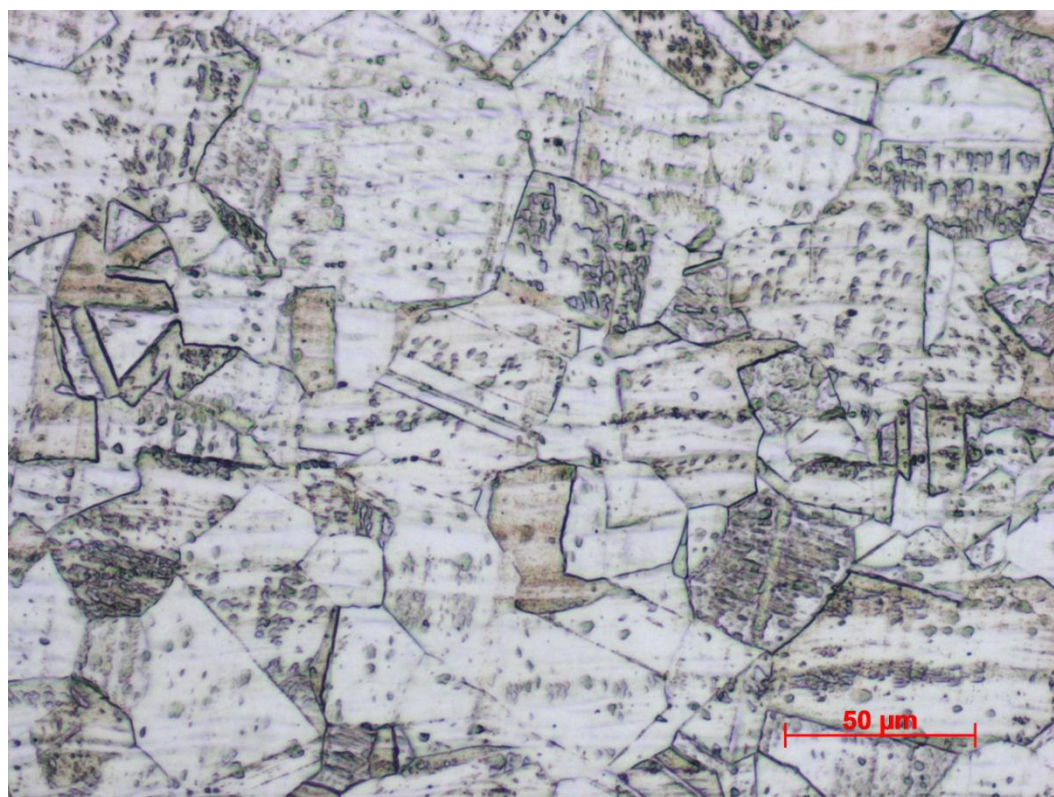
Obrázek V: Naleptání struktury korozivzdorné oceli typu 1,4404 pomocí leptadla Marble (experiment 2), doba leptání 5 s. Zvětšení 250×.



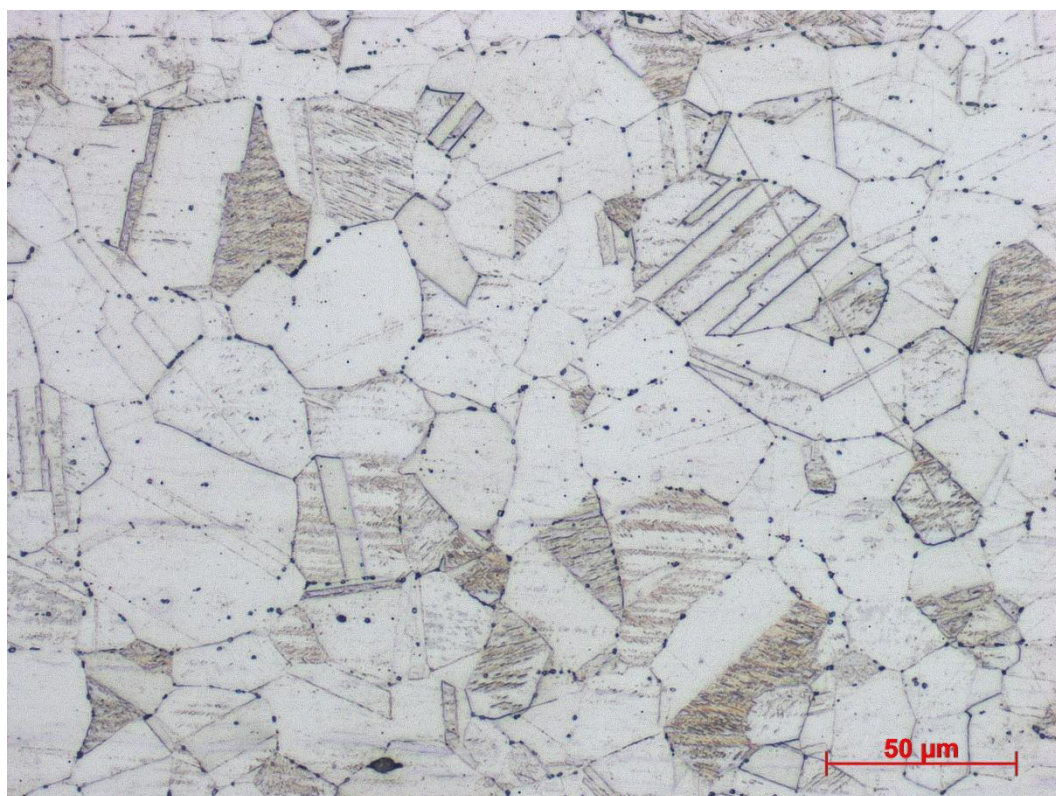
Obrázek VI: Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia, složení 45 ml HCl, 22 ml HNO₃ a 40 ml glycerolu. 15 s (a), 30 s (b), 45 s (c) a 60 s (d).



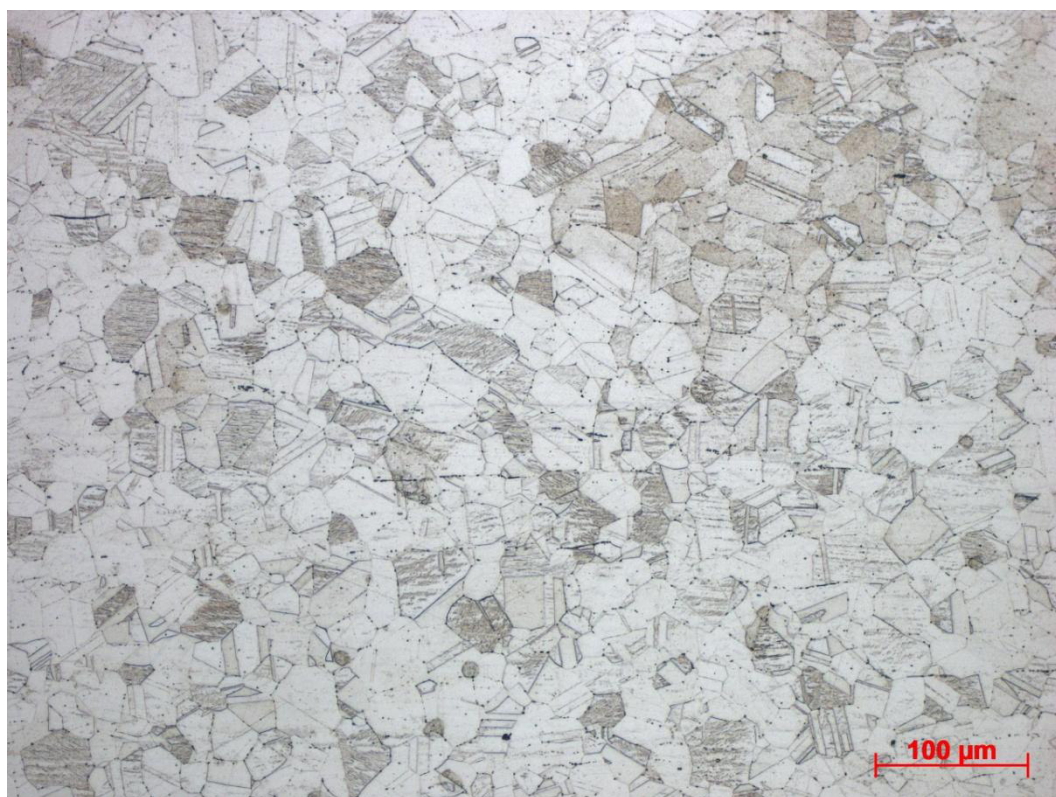
Obrázek VII: : Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia (40:22:40, 60s), postup bodové koroze (tmavá oblast vpravo) podél hranice zrn.



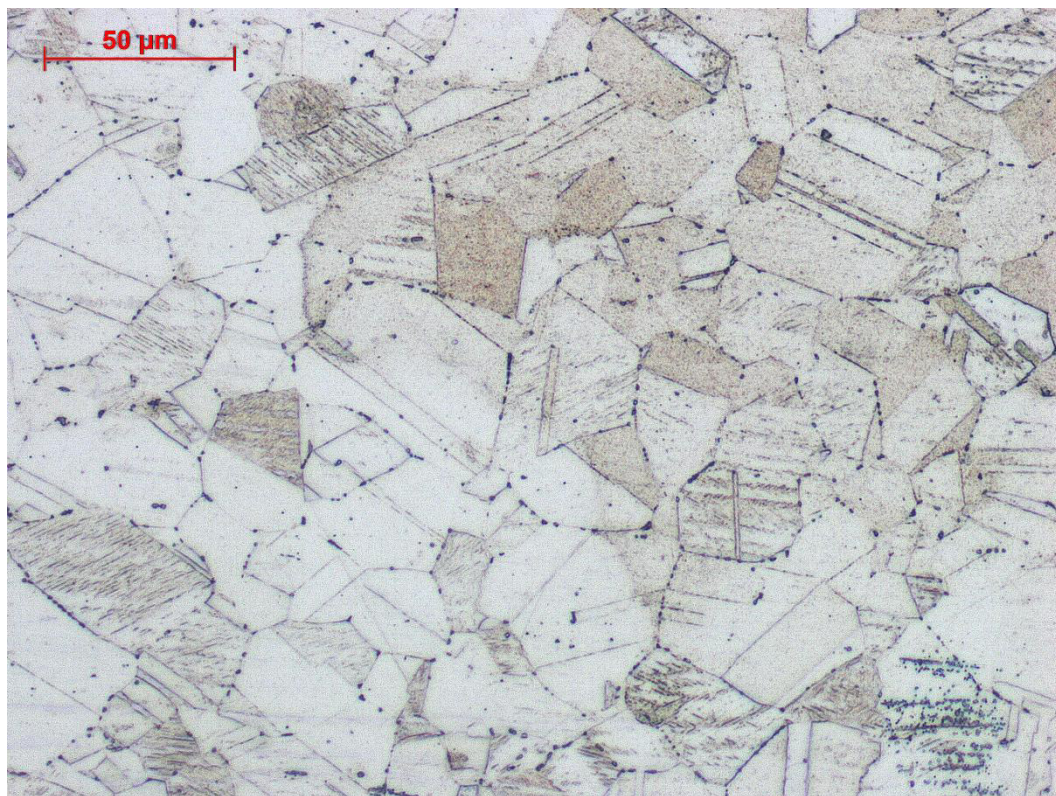
Obrázek VIII. Ocel typu 1.4404, leptadlo Glyceregia (40:22:40, 60s).



Obrázek IX: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia (40:22:40).



Obrázek X: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia (40:22:40).



Obrázek XI: Ocel typu 1.4301, leptadlo Glyceregia (40:22:40).