



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní

Optimalizace metalografických postupů s využitím elektrolytického leštění

Bakalářská práce

Studijní program: B2301 – Strojní inženýrství
Studijní obor: 2301R000 – Strojní inženýrství
Autor práce: **Vojtěch Keller**
Vedoucí práce: Ing. Pavel Hanus, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Mechanical Engineering ■

Optimizing of metallographic methods with usage electrolytic polishing

Bachelor thesis

Study programme: B2301 – Mechanical Engineering
Study branch: 2301R000 – Mechanical Engineering
Author: **Vojtěch Keller**
Supervisor: Ing. Pavel Hanus, Ph.D.



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Vojtěch Keller**
Osobní číslo: **S11000038**
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Strojní inženýrství**
Název tématu: **Optimalizace metalografických postupů s využitím elektrolytického leštění**
Zadávající katedra: **Katedra materiálů**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznamte se s vlastnostmi a využitím intermetalických slitin na bázi Fe-Al.
2. Seznamte se s metalografickými postupy pro daný typ slitin a s principy elektrolytického leštění.
3. Vypracujte rešerši.
4. Připravte vzorky aluminidů typu Fe₃Al a FeAl pro experiment a vzorky ocelí pro srovnání.
5. Provedte elektrolytické leštění vzorků, porovnejte a zformulujte závěry.

Rozsah grafických prací: dle potřeby
Rozsah pracovní zprávy: 25-40 stran
Forma zpracování bakalářské práce: tištěná/elektronická
Seznam odborné literatury:

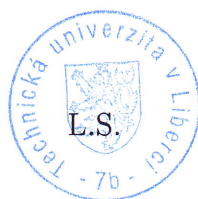
[1] PÍŠEK, F. *Nauka o materiálu II*, Praha: Nakladatelství ČSAV, 1959.

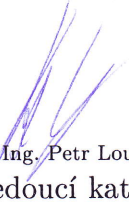
[2] KRATOCHVÍL, P. a M. KARLÍK. *Intermetalické sloučeniny, fyzikální vlastnosti a použití*. [výzkumná zpráva], Praha: Univerzita Karlova - MFF, 1989

[3] BAKER, I. a P.R. MUNROE. Mechanical properties of Fe-Al. *International Material Reviews*, 1997, vol.42, No 5.

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Pavel Hanus, Ph.D.
Katedra materiálu
Konzultant bakalářské práce: RNDr. Věra Vodičková, Ph.D.
Katedra materiálu
Ostatní konzultanti: Ing. Bc. Martin Švec
Datum zadání bakalářské práce: 14. listopadu 2014
Termín odevzdání bakalářské práce: 15. května 2015


prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
děkan




prof. Ing. Petr Louda, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 14. listopadu 2014

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum: 2.7. 2015

Podpis: 

Poděkování

Rád bych poděkoval panu Ing. Pavlu Hanusovi, Ph.D. a paní RNDr. Věře Vodičkové, Ph.D. za konzultace a podnětné připomínky k tvorbě mé bakalářské práce. Děkuji také panu Ing. Martinu Švecovi a panu Ing. Adamu Hotařovi, Ph.D. Velký dík patří panu Ing. Pavlu Kejzlarovi, Ph.D. za jeho pomoc a rady při provádění elektrolytického leštění. V neposlední řadě bych rád poděkoval všem, kteří při mně stáli, podporovali mě a přáli mi zdar při tvorbě této bakalářské práce.

Abstrakt

Cílem této bakalářské práce je vyhodnocení aplikace elektrolytického leštění na intermetalické fáze na bázi Fe-Al (tzv. aluminidy železa). V teoretické části jsou shrnuty základní informace o intermetalických fázích, samostatné kapitoly jsou věnovány intermetalikům na bázi FeAl a Fe₃Al. Jsou zde uvedeny a stručně popsány použité optické metody zobrazování struktury materiálu a optické metody zvyšování kontrastu. Popsány jsou také principy odhalování struktury pomocí chemického leptání. Samostatná kapitola je pak věnována elektrolytickému leštění, jeho principu a volbě parametrů. V experimentální části jsou uvedeny informace o vzorcích použitých pro experiment a popsány jednotlivé kroky jejich přípravy. Vzorky byly pro pozorování připravovány třemi způsoby: mechanickým broušením a leštěním, chemickým leptáním a elektrolytickým leštěním. Po každém z těchto způsobů přípravy byla zviditelněná struktura pozorována a zaznamenána. Samostatně vyhodnoceno bylo použití elektrolytického leštění. Porovnáním všech získaných snímků struktur byl pro každý materiál vyhodnocen nejvhodnější způsob přípravy a byly formulovány závěry.

Klíčová slova:

elektrolytické leštění, intermetalika, aluminidy železa, zobrazování struktury, příprava metalografických vzorků

Abstract

The purpose of this bachelor thesis is the evaluation of using electropolishing process on intermetallics based on Fe-Al (iron aluminides). The theoretical part summarizes basic information about intermetallic phases, separate chapters describe intermetallics based on FeAl and Fe₃Al. There are mentioned and shortly described used light optical methods for imaging the structure of material and optical methods of contrast enhancement. Also principles of detecting structure using chemical etching are described. A special chapter is dedicated to electrolytic polishing, its principle and parameters. The experimental part provides information about specimens used for the experiment and describes the steps of their preparation. The specimens were prepared in three ways for observation: by mechanical grinding and polishing, by chemical etching and by electropolishing. The visualised structure was estimated after each of these methods of preparation. The application of electropolishing was evaluated separately. The optimal way of the preparation was possible to define due to comparison of all obtained structure images. Conclusions were defined based on these results.

Key words:

electrolytic polishing (electropolishing), intermetallics, iron aluminides, structure imaging, metallographic specimens preparation

Obsah

1	Úvod.....	8
2	Teoretická část.....	9
2.1	Intermetalické fáze.....	9
2.1.1	Intermetalické slitiny na bázi Fe-Al.....	10
2.2	Světelná mikroskopie.....	15
2.2.1	Metody pozorování vzorků v optické mikroskopii.....	15
2.2.2	Optické metody zvyšování kontrastu.....	17
2.3	Chemické leptání.....	20
2.3.1	Plošné leptání.....	21
2.3.2	Leptání hranic zrn.....	22
2.3.3	Barevné leptání.....	23
2.4	Elektrolytické leštění.....	23
2.4.1	Metodika elektrolytického leštění.....	24
2.4.2	Parametry elektrolytického leštění.....	25
2.4.3	Elektrolytické leptání.....	26
2.4.4	Využití elektrolytického leštění.....	27
3	Experimentální část.....	28
3.1	Zkoumané materiály.....	28
3.2	Standardní příprava vzorků.....	29
3.2.1	Řezání vzorků.....	29
3.2.2	Zalítí vzorků.....	29
3.2.3	Broušení a mechanické leštění.....	29
3.2.4	Leptání vzorků.....	30
3.3	Elektrolytické leštění vzorků.....	30

3.3.1	Příprava vzorků	30
3.3.2	Přístroj pro elektrolytické leštění	31
3.3.3	Volba parametrů elektrolytického leštění	32
3.4	Vyhodnocení struktury	36
3.4.1	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Ti	37
3.4.2	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Ti/TZ	38
3.4.3	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Zr	39
3.4.4	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Zr/TZ	40
3.4.5	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C1	41
3.4.6	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C1/TZ	42
3.4.7	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C2	43
3.4.8	Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C2/TZ	44
3.4.9	Výsledný vzhled struktury oceli 1.4845.....	45
4	Diskuze	47
5	Závěr	50
6	Citovaná literatura.....	51

1 Úvod

Vztah člověka k materiálu je znám již odedávna. Nejstarší kamenné nástroje, dokazující toto spojení, se datují do doby před dvěma a půl miliony let. Poznání materiálu a porozumění jeho vlastnostem spojených s jeho stavbou, umožňovalo lidem jeho efektivní opracování. Praveký člověk zjistil, že měkký kámen lze opracovat tvrdším a podle jejich barvy a vzhledu si zapamatoval, který je který. Postupem času získával nové znalosti a zkušenosti a začal materiál nejen opracovávat, ale i zpracovávat a připravovat. O tomto vývoji hovoří samotné názvy historických epoch: doba kamenná, kdy byly nástroje vyráběny opracováním pazourku, doba bronzová, kde byly z bronzu (o složení přibližně 90 % mědi a 10 % cínu) vyráběny nástroje a předměty každodenní potřeby, ale i předměty ozdobné. Probíhal již také obchod se samotným materiálem ve formě bronzových prutů. Třetí epochou je doba železná, ve které byl postupně zvládnut proces získávání tohoto kovu a položeny základy tepelného zpracování.

Současně však bylo kromě těchto nejrozšířenějších materiálů vynalezeno a připraveno i nespočet jiných. Na poli kovů to byly zejména slitiny.

Postupem času, s rozvojem vědy a techniky, se člověk svými znalostmi a zvědavostí začal materiálu přibližovat ještě více. Vytvořeny a vyvinuty byly nejrůznější metody, přístroje i samotné vědní obory, jejichž prostřednictvím člověk získává nové a nové informace.

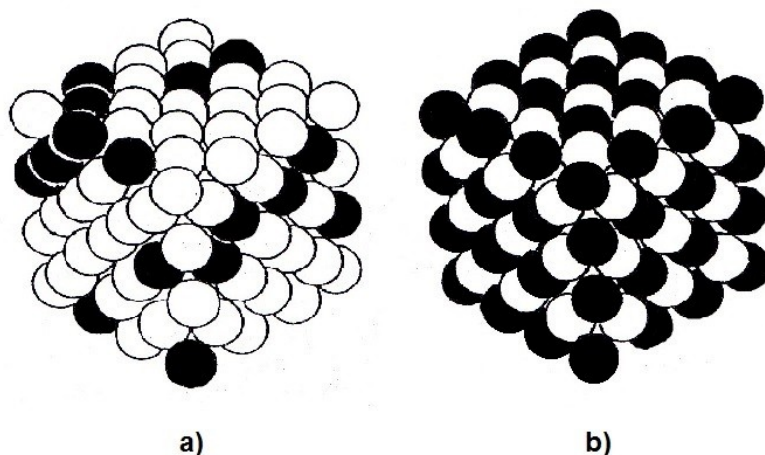
Po ohlédnutí se na tento historický vývoj lze říci, že strukturu materiálu a zkušenosti pozorovatele můžeme právem označit za jedny ze základních pilířů nauky o materiálu.

Cílem této bakalářské práce je optimalizace přípravy metalografických vzorků aluminidů železa s využitím elektrolytického leštění a přihlédnutím na doposud získané znalosti a zkušenosti s přípravou vzorků těchto materiálů.

2 Teoretická část

2.1 Intermetalické fáze

Intermetalické fáze (IF) - intermetalické sloučeniny nebo též zkráceně intermetalika - jsou zvláštní skupinou materiálů s vlastní krystalovou strukturou, vyznačující se pravidelným uspořádáním atomů na dlouhou vzdálenost. To je zachováno až do tzv. kritické teploty (T_C). Vlastnosti intermetalických fází závisí zejména na uspořádání atomů v jejich samotné elementární buňce. Pravidelné uspořádání atomů je hlavní odlišností od běžných technických slitin. Tento rozdíl je znázorněn na obrázku 2.1.



Obr. 2.1. Rozmístění atomů v krystalové mřížce [1]
a) nepravidelné rozmístění atomů v běžných slitinách
b) pravidelné uspořádání atomů v intermetalických fázích

Příčinou speciálních vlastností intermetalických sloučenin je fakt, že vazby mezi atomy odlišných prvků mohou být pevnější než vazby mezi atomy shodného prvku. Proto intermetalika obecně vykazují vyšší pevnost, teplotu tání, elastické moduly i další vlastnosti spojené s pevností vazeb mezi atomy. [1]

Těmito skutečnostmi získávají intermetalika vysoký potenciál pro použití v náročných provozech a odvětvích průmyslu.

Koncentrace složek intermetalických fází se většinou pohybuje kolem jednoduchých stechiometrických složení. Odchytky od přesného stechiometrického složení jsou vyrovnávány vznikem vad krystalické mřížky, tj. zejména vznikem vakancí nebo substitucí atomů

jednoho prvku za atomy prvku druhého. Některá intermetalika mohou existovat v širokém rozmezí koncentrací, takovými jsou např. právě aluminidy. S rostoucí odchylkou od přesného stechiometrického složení (s rostoucí neuspořádaností), se však zvyšuje i křehkost.

Právě křehkost za pokojové teploty, a tedy i nemožnost zpracování klasickými technologiemi (třískové obrábění, tváření za studena, atp.), je největší nevýhodou a omezením pro použití těchto materiálů.

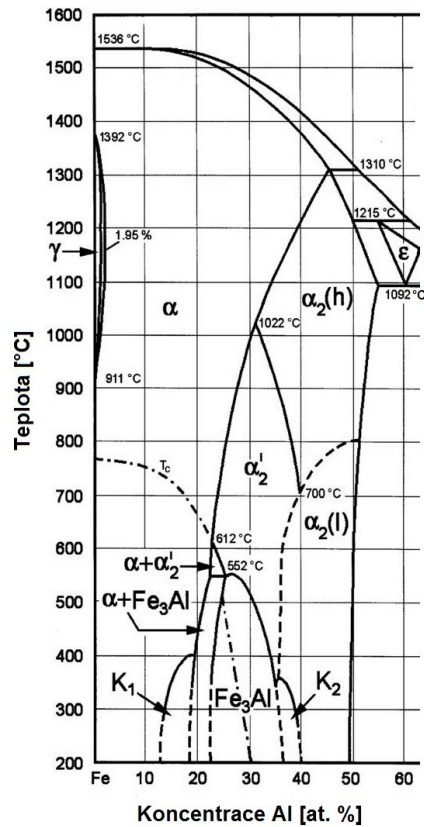
Zlepšení vlastností v oblasti plasticity (zvýšení tažnosti a snížení křehkosti) lze dosáhnout legováním či mikrolegováním. Užitím vhodného legujícího prvku nebude uspořádanost struktury narušena, dojde pouze k substituci původních a legujících atomů. [1] [2]

Mezi přední vlastnosti intermetalik patří jejich pevnost. Ta se zvyšující se teplotou neklesá tolik jako u běžných slitin. Měrná hmotnost intermetalik je poměrně nízká (pohybuje se přibližně v rozsahu 3,4 až 7,5 g/cm³ v závislosti na složení). Vysoký tzv. specifický modul (E/ρ) je příznivým ukazatelem pro použití intermetalik v oblasti transportních aplikací (letectví, kosmonautika, pozemní doprava, atp.) nebo v oblasti konstrukce (snížení hmotnosti částí strojů). Vysoké jsou také samotné elastické moduly a k jejich poklesu s rostoucí teplotou dochází v porovnání s běžnými slitinami též pomaleji. [1]

2.1.1 Intermetalické slitiny na bázi Fe-Al

Podrobný výzkum materiálů na bázi Fe-Al začal již po první světové válce. Zkoumán byl například vliv hliníku na žáruvzdornost litiny, přičemž se ukázalo, že ji silně podporuje, a že slitiny železa a hliníku vykazují vysokou a dlouhodobou odolnost proti opalu a působení silně oxidačních prostředí. [3]

Ve výzkumu i technické praxi jsou nejrozšířenějšími intermetalickými slitinami na bázi Fe-Al slitiny typu FeAl a Fe₃Al. Vyznačují se některými výše uvedenými vlastnostmi intermetalik, mají však i své specifické vlastnosti. Oblasti výskytu těchto slitin jsou znázorněny v rovnovážném binárním diagramu Fe-Al na obrázku 2.2.



Obr. 2.2. Rovnovážný binární diagram Fe-Al [4]

Překážkou pro použití slitin na bázi Fe-Al jako konstrukčních materiálů byla již zmiňovaná křehkost za pokojové teploty a nízká pevnost za vysokých teplot. Výzkumy v této oblasti však ukázaly, že i u těchto materiálů lze tyto nedostatky snížit vhodným legováním a řízením mikrostruktury (tažnost lze tak zvýšit na 10 až 15 %). Pevnost za vysokých teplot a odolnost proti tečení se též zvyšuje vhodnými přísadami. [1]

Ve srovnání s ocelí mají nižší měrnou hmotnost a také nižší cenu. V tabulce 1 jsou uvedeny základní vlastnosti slitin FeAl a Fe₃Al.

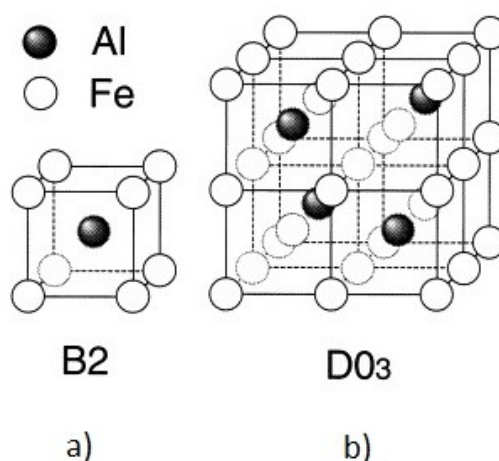
Tab. 1 Základní vlastnosti intermetalických slitin na bázi Fe-Al [1]

slitina	krystalová struktura	kritická teplota uspořádání T _c [°C]	teplota tání T _m [°C]	hustota ρ [kg/m ³]	Youngův modul E [MPa]
FeAl	B2	1 250	1 250	5 560	2,61 · 10 ⁵
Fe ₃ Al	D0 ₃	540	1 540	6 720	1,41 · 10 ⁵
	B2	760	1 540	-	-

Speciální vlastnosti intermetalik na bázi Fe-Al umožňují jejich použití v náročných pro-
vozech chemického, hutního a energetického průmyslu. Užívány jsou např. pro nádoby lázní
roztavených solí, nádoby a nádrže v chemickém průmyslu, součásti kalících a žhacích pecí,
nádoby a držáky cementačních a nitridačních pecí, ponorné ohřívače a topné elementy (kon-
stantní vysoký měrný odpor). Lze je využít pro součásti rekuperátorů a výměníků tepla,
trysky hořáků či součásti výfukových systémů automobilů. Další oblast využití představují
méně zatěžované části spalovacích turbín vystavené vysokým teplotám, spékané filtry částic
v plynech s vysokým obsahem síry, zařízení pro zpracování zemního plynu či ke zplyňování
uhlí, atp.

Slitiny na bázi FeAl

Koncentrace hliníku je u těchto slitin za běžné teploty v rozmezí přibližně 37 až 48 at. %.
Struktura těchto slitin je uspořádaná s označením B2 (obr. 2.3a).



Obr. 2.3ab. Struktura slitin na bázi Fe-Al [5]
 a) struktura B2 (slitiny FeAl)
 b) struktura D0₃ (slitiny Fe₃Al)

Významným prvkem majícím vliv na výslednou strukturu a mechanické vlastnosti těchto slitin je uhlík. Množství uhlíku ve slitině, která jím není záměrně legována, se odvíjí od jeho přítomnosti ve výchozích surovinách pro výrobu těchto aluminidů.

Obsah uhlíku má vliv na křehkost, která s jeho snižujícím se množstvím ve slitině značně roste. S klesajícím obsahem uhlíku se také zvyšuje náchylnost ke křehkému lomu vlivem vodíkové křehkosti. Při obsahu uhlíku do 3,85 at. % (1 hm. %) vzniká ve struktuře karbid

$\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$ (perovskit, také označován jako fáze κ), který náchylnost k vodíkové křehkosti snižuje. Množství κ -fáze ve struktuře materiálu závisí na obsahu hliníku, kdy s rostoucím obsahem hliníku klesá, a to přibližně do 42,4 at. %, kdy vymizí úplně. Množství uhlíku má také vliv na strukturu materiálu (tvar, množství a charakter grafitu a karbidů hliníku). V rozmezí přibližně 35 až 45 at. % hliníku se ve struktuře vyskytuje současně grafit i karbidy hliníku. Při obsahu hliníku vyšším než 42,5 at. % je uhlík přítomen ve formě karbidu hliníku Al_4C_3 . Karbid hliníku Al_4C_3 je stabilní do vysokých teplot a zprostředkovává výhodné vlastnosti slitiny, jako je např. vyšší otěruvzdornost či odolnost proti tečení. Rozměrnější a hrubší karbidy způsobují pokles pevnosti. Při příliš vysokém obsahu uhlíku ve slitině (5 at. % a více) se uhlík vylučuje ve formě grafitu, což je příčinou poklesu pevnosti. [1] [6] [7]

Zvýšení pevnosti a odolnosti proti tečení za vyšších teplot lze dosáhnout přidáním substitučních příměsí či vhodným legováním prvky vytvářejícími ve slitině precipitáty.

Vhodnou substituční příměsí pro zvýšení mechanických vlastností za vysokých teplot je křemík (substituce atomů hliníku), který má ve slitinách tohoto typu vysokou rozpustnost. Křemík podporuje výskyt (poměrně nestabilního) karbidu hliníku Al_4C_3 a zvyšuje jeho stabilitu i za vysokých teplot (1100 °C). [8]

Přidáním titanu v množství větším než zhruba 4,5 hm. % lze tvorbě karbidu Al_4C_3 zcela zabránit. [8]

Nízká tažnost těchto slitin je způsobena převážně vodíkovou křehkostí. Lze ji však zvýšit přidáním malého množství boru (0,12 at. %) a/nebo zirkonia (0,1 až 0,2 at. %). [2]

Mezi přední vlastnosti těchto slitin patří zejména odolnost proti oxidaci a sulfidaci (při teplotách až 1000 °C) a vynikající odolnost proti korozi. Na povrchu materiálu se vlivem vysokého obsahu hliníku vytváří souvislá vrstva oxidu Al_2O_3 chránící materiál proti těmto vlivům. Jednou z vlastností je také vysoký měrný elektrický odpor s konstantní hodnotou do 1000 °C. [1] [2]

Tvárnost slitin na bázi FeAl je za vyšších teplot velmi dobrá, lze je proto zpracovávat běžnými technologiemi za tepla.

Typickým zástupcem slitin na bázi FeAl je slitina vyvinutá v padesátých letech 20. století v Československu, zvaná Pyroferal. V tabulce 2 je uvedeno doporučené složení této slitiny.

Tab. 2 Doporučené složení slitiny Pyroferal [6]

Doporučené složení	slitina FeAl Pyroferal				
	Al	C	Si	Mn	Fe
[hm. %]	29,0 - 31,0	1,0 - 1,2	max. 0,5	max. 0,7	balance
[at. %]	44,4 - 46,6	3,4 - 4,0	max. 0,7	max. 0,5	balance

Slitina Pyroferal byla vyvíjena (stejně jako jiné slitiny na bázi Fe-Al) zejména jako náhrada slitin na bázi Fe-Ni-Cr, tedy materiálů s velmi dobrými vysokoteplotními mechanickými vlastnostmi.

Díky již zmiňované souvislé vrstvě oxidu hlinitého, Al_2O_3 , vzniklé na povrchu materiálu vlivem vysokého obsahu hliníku, vyniká tato slitina skvělou odolností proti korozi za vysokých teplot (800 – 1000 °C), lepší než u materiálů vysoce legovaných niklem a chromem, a odolností proti působení silně oxidačního prostředí. Tato vrstva také zprostředkovává naprostou odolnost vůči difuzi při nauhličování. [6]

Přítomnost titanu ve slitině způsobuje zjemnění zrna. Přidáním přibližně 0,3 hm. % bylo dosaženo zvýšení pevnosti v tahu na 450 MPa (oproti běžné pevnosti 250 MPa za pokojové teploty). [3] [6]

Odolnost této slitiny proti tečení (při 700 až 1000 °C) je lepší než u ocelí AISI 304 či AISI 316. [6]

Slitiny na bázi Fe_3Al

Obsah hliníku u slitin na bázi Fe_3Al leží v rozmezí okolo 23 až 37 at. %. Strukturou těchto slitin je uspořádaná struktura $D0_3$ (obr. 3b), která se po překročení tzv. kritické teploty (T_C) mění na uspořádanou (již výše zmíněnou) strukturu B2. Nejvyšší hodnota kritické teploty T_C je 550 °C pro slitinu s koncentrací okolo 27 at. %.

Slitiny na bázi Fe_3Al vykazují též vynikající odolnost proti korozi za vysokých teplot (až 800 °C) v oxidačním a sulfidačním prostředí, výrazně lepší než u nerezových ocelí vysoce legovaných chromem a niklem (Fe-25Cr-20Ni, Fe-18Cr-6Al). [1] Vynikají též svou odolností proti opotřebení (odolnost vůči otěru je u slitin Fe_3Al srovnatelná s odolností oceli uhlíkové AISI 1060 nebo nerezové SUS304). [9]

Ve struktuře slitin Fe_3Al s koncentrací hliníku do 35 at. % obsahujících navíc pouze uhlík, se uhlík vyskytuje ve formě grafitu. U slitin tohoto typu je však běžné legování pro

zlepšení jejich mechanických vlastností. Jejich struktura je pak ve většině případů v souladu s fázovým ternárním diagramem zahrnujícím hlavní legující prvek.

Zlepšení mechanických vlastností za vysokých teplot (hlavně odolnosti proti tečení) lze provést přidáním prvku s malou rozpustností v tuhém stavu. Vhodným a často užívaným prvkem je zirkonium, které má ve slitinách Fe-Al v tuhém stavu téměř zanedbatelnou rozpustnost. Jeho přidáním se docílí zpevnění pomocí precipitačního mechanismu. [10] Fázové složení takovéto slitiny pak odpovídá fázovému ternárnímu diagramu Fe-Al-Zr, závisí však také na poměru koncentrací zirkonia a přítomného uhlíku. [11]

Přidáním uhlíku lze zlepšit obrobitelnost těchto slitin.

Vhodným legujícím prvkem je také chrom, který snižuje křehkost a přispívá ke zpevnění slitiny zcela jiným mechanismem, svým rozpouštěním v tuhém roztoku. U slitin legovaných chromem lze navíc tepelným zpracováním a legováním molybdenem a niobem celkově zvýšit mechanické vlastnosti (dosažení až 15% tažnosti za pokojové teploty a smluvní meze kluzu $R_{p0,2}$ při 600 °C téměř 500 MPa). Takovéto slitiny jsou pak (v širokém rozsahu teplot) mnohem pevnější než austenitické a feritické oceli (např. AISI 314, Fe-9Cr-1Mo). [1] [10]

Za zvýšených teplot je tvárnost těchto slitin velmi dobrá a lze je zpracovávat běžnými technologiemi za tepla. Při pečlivém dodržení svařovacích parametrů lze slitinu Fe₃Al svařovat.

2.2 Světelná mikroskopie

Jedná se v současné době o nejrozšířenější metodou pro zobrazování a pozorování struktury metalografických vzorků.

Metody světelné mikroskopie využívají zákonů optiky, a to především optiky geometrické, která popisuje šíření světla pomocí světelných paprsků. Zobrazení pomocí geometrické optiky je elementární, avšak nedostatečné. Je proto třeba využívat též znalosti jevů optiky vlnové, jako jsou disperze, difrakce, interference či polarizace světelných paprsků.

Přístrojem pro takovéto zobrazování struktury je metalografický mikroskop.

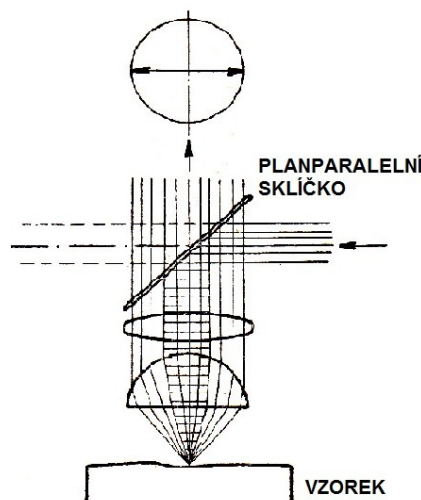
2.2.1 Metody pozorování vzorků v optické mikroskopii

Aby bylo možné pozorovat pomocí optického mikroskopu strukturu metalografického vzorku, je třeba na jeho povrch přivést svazek světelných paprsků, které nám následně

zprostředkovávají obraz. To lze provést různými způsoby, z nichž má každý své určité přednosti. Následně jsou uvedeny nejběžnější metody osvětlení vzorku.

Světlé pole

Metoda světelného pole je jedním z nejpoužívanějších způsobů osvětlení v metalografii. K osvětlení předmětu využívá planparalelního sklíčka, jak je znázorněno na obrázku 2.4. Světelné paprsky vycházející ze světelného zdroje dopadají na planparalelní sklíčko. Část jich prochází sklíčkem a není pro pozorování dále využita, druhá část je sklíčkem odražena, prochází objektivem a dopadá na povrch metalografického vzorku. Po odrazu od něj prochází opět objektivem a dopadá opět na planparalelní sklíčko. Vlastní obraz povrchu vzorku zprostředkovává ta část paprsků, která projde planparalelním sklíčkem skrz do okuláru. Při tomto způsobu osvětlení dopadají paprsky na zkoumaný povrch vzorku kolmo („přímo“), proto se tento způsob nazývá též přímé nebo kolmé osvětlení. Na povrchu vzorku nevznikají stíny, obraz je tedy málo kontrastní. Jemné strukturální součásti však při něm mají ostré obrysy. [12]



Obr. 2.4. Princip pozorování ve světlem poli [12]

Nerovnosti povrchu vzorku, způsobené např. nesterjnoměrným odlešťováním strukturálních součástí (vlivem jejich odlišné tvrdosti, mechanických vlastností, krystalografické orientace, atp.), dutiny, póry či staženiny, způsobují difúzní rozptyl dopadajících světelných paprsků a jsou zviditelněny, je-li jejich velikost alespoň taková, jako vlnová délka použitého světla. [13]

Šikmé osvětlení

O rozdílu mezi šikmým a přímým osvětlením vypovídá již samotný název. Světelné paprsky dopadají na zkoumaný povrch pod určitým úhlem („šikmo“). Oproti přímému osvětlení dopadají na povrch vzorku téměř všechny paprsky vycházející ze světelného zdroje. Pozorovaná struktura je lépe prostorově zobrazena a její obraz má zvýšený kontrast. Zvýrazněny jsou však i nerovnosti vzniklé při přípravě povrchu. Šikmé osvětlení lze využít především u pozorování slabě kontrastních struktur. [12] [13]

Tmavé pole

Paprsky při tomto způsobu osvětlení dopadají na povrch vzorku pod takovým úhlem, že se po svém odrazu od zkoumaného povrchu odráží mimo objektiv. Povrch vzorku se tedy jeví tmavý. Dopadnou-li však světelné paprsky na objekty způsobující difúzní rozptyl (jako např. trhlinky, staženiny, vměstky, dutiny, apod.), zobrazí tyto objekty světle. Kontrast při pozorování v tmavém poli je tedy přesně opačný, než u pozorování v poli světlém. Lze pozorovat i detaily, které by ve světlém poli nebyly znatelné. Kvůli nízké intenzitě paprsků vytvářejících viditelný obraz lze tento způsob osvětlení použít pouze pro malá zvětšení. [12] [13]

2.2.2 Optické metody zvyšování kontrastu

Pro dosažení vysoké rozlišovací schopnosti je třeba dostatečného kontrastu obrazu a dostatečného množství světla odraženého od pozorovaných částí struktury. Toho se v metalografii dociluje nejčastěji leptáním. [13] Leptání je však procesem vyžadujícím jisté znalosti a zkušenosti, přesné dodržení postupu, a ne vždy musí být účinné. Navíc přímo ovlivňuje pozorovanou strukturu. Pro pozorování čistě vyleštěného povrchu vzorku vyžadujícího zvýšení kontrastu lze proto s výhodou použít optické metody zvyšování kontrastu. Následně jsou uvedeny nejběžnější metody zviditelňování struktury pracující se zvýšením kontrastu obrazu jejich jednotlivých složek. Ty lze použít jak na povrch nenaleptaný, tak i naleptaný.

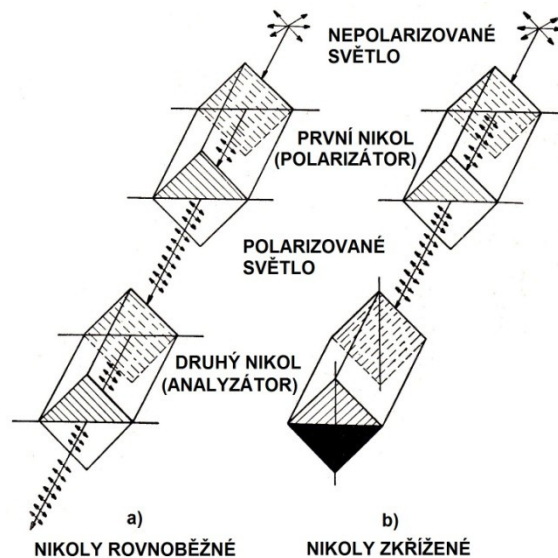
Polarizované světlo

Světlo je příčné elektromagnetické vlnění, kmitající ve všech směrech kolmých na směr jeho šíření. V případě polarizovaného světla jsou jeho kmity omezeny pouze na jednu rovinu, tzv. rovinu kmitů – na ni kolmá je (ve směru šíření světla) tzv. rovina polarizační.

Dopadá-li světelný paprsek na opticky anizotropní látku (tzv. látku dvojlomnou), dělí se na dva vzájemně kolmo lineárně polarizované paprsky – řádný a mimořádný, z nichž se každý v dvojlomné látce šíří odlišnou rychlostí. [12]

V mikroskopii se pro vytvoření lineárně polarizovaného světla využívá tzv. Nicolova hranolu. Tento hranol, též zkráceně nikol, se vyrábí z dvojlomného krystalu islandského vápence upraveného tak, že jeden z polarizovaných paprsků je odstraněn, tj. z nikolu již vystupují pouze paprsky polarizované v jedné rovině. [12]

Pozorování se děje pomocí soustavy dvou Nicolových hranolů. Umístíme-li je za sebe a budou-li mít rovnoběžné polarizační roviny, projde světlo polarizované pomocí prvního nikolu (polarizátoru) i druhým nikolem (analyzátor). Pootočíme-li však analyzátor o 90° , budou na sebe jejich polarizační roviny navzájem kolmé. Kmity světla polarizovaného polarizátorem budou kolmé na směr, kterým propouští analyzátor a nebudou jím moci projít. Princip pozorování v polarizovaném světle znázorňuje obrázek 2.5.



Obr. 2.5. Princip pozorování v polarizovaném světle pomocí soustavy dvou nikolů [12]

Mikroskopické pozorování v polarizovaném světle probíhá se zkříženými nikoly, tj. jejich polarizační roviny jsou navzájem kolmé. Postupným natáčením vzorku o 360° kolem optické osy mikroskopu zjišťujeme, je-li strukturní součást zkoumaného materiálu jedno-
lomná či dvojlomná. V druhém případě pak lépe vynikne její stavba. [12]

Fázový kontrast

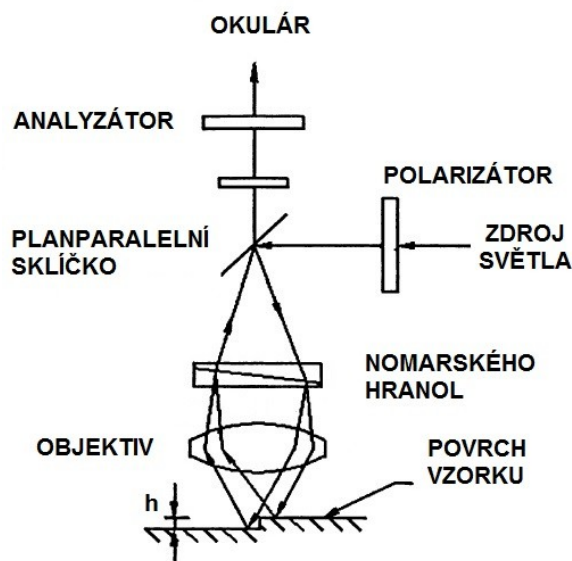
Metoda fázového kontrastu je založená na interferenci vzájemně fázově posunutých vln světla. Toto fázové posunutí vln odraženého světla je způsobeno výškovými rozdíly na povrchu vzorku, které přirozeně vznikají při jeho leštění. Nerovnosti povrchu vzorku jsou tak malé, že při běžném pozorování nejsou vůbec patrné. Podstatou metody fázového kontrastu je to, že se fázové posunutí (lidským okem nezaznamatelné), převádí na změnu amplitudovou, tedy změnu v intenzitě světla, kterou lidské oko již rozezná. [12] [13]

Tato metoda je vhodná pro zviditelňování nepatrných nerovností na povrchu vzorku. Umožňuje pozorování struktury materiálu bez nutnosti naleptání (za předpokladu pečlivé přípravy vzorku s nerovnostmi menšími než polovina vlnové délky použitého světla). Lze ji proto s výhodou využít u materiálů, u nichž je leptání značně obtížné (např. některé žáruvzdorné či korozivzdorné slitiny). [12] [13]

Diferenciální interferenční kontrast dle Nomarského

Tato metoda je založena na interferenci polarizovaných světelných paprsků s rozdílnou optickou dráhou.

Princip pozorování struktury metodou DIC dle Nomarského znázorňuje obrázek 2.6. Světelné paprsky polarizované polarizátorem dopadají pomocí planoparalelního sklíčka na Nomarského hranol (dále NP). Ten sestává ze dvou (vzájemně slepených) hranolů, jejichž optické osy jsou na sebe kolmé. To způsobuje, že na rozhraní těchto dvou hranolů se z řádného paprsku vzniklého v první části NP stane paprsek mimořádný a z mimořádného řádný. Paprsky opouštějící NP se od sebe vzájemně liší o nepatrný úhel. Po průchodu objektivem se stávají rovnoběžnými a dopadají na povrch vzorku, odráží se od něj a prochází opět objektivem. Za objektivem vstoupí zpět do NP. Ten tyto dva paprsky spojí do jednoho, resp. způsobí, že se budou šířit po stejné přímce. Složky takto vzniklého paprsku se tedy budou vyznačovat rozdílnými rovinami kmitů a navíc i možným rozdílem optické dráhy. Rozdílu optické dráhy bude dosaženo jednak mírně rozdílnou rychlostí paprsků, především však v důsledku sebemenších změn (řádu nm) v topografii povrchu vzorku. Příslušné paprsky spolu budou interferovat a po průchodu analyzátozem vznikne tzv. optický reliéf. Nerovnosti povrchu vzorku jsou v něm prezentovány rozdílným zbarvením. [14]



Obr. 2.6. Princip pozorování struktury pomocí DIC dle Nomarského [14]

2.3 Chemické leptání

Na čistě vyleštěném povrchu metalografickém vzorku můžeme pod mikroskopem pozorovat jeho odlišné fáze (buď odlišně zbarvené, nebo zvýrazněné reliéfem v důsledku jejich odlišných mechanických vlastností), vměstky, dutiny, praskliny, atp., jeho vlastní krystalová struktura však zůstane neodhalena. To je způsobeno tzv. Beilbyho vrstvou (zjednodušeně B-vrstvou). Tato vrstva je vytvořena při mechanickém leštění působením částic leštidla na povrch metalografického vzorku. Jedná se tedy o tenkou tvářenou vrstvičku, tlustou jen zlomek mikrometru [15], která znemožňuje pohled na krystalovou strukturu zkoumaného materiálu.

Nejběžnějším způsobem, jak tuto B-vrstvu odstranit a zvýraznit krystalovou strukturu metalografického vzorku, je chemické leptání.

Při leptání dochází na vyleštěném povrchu vzorku k jeho reakci s leptadlem. Nejčastěji se jedná o rozpouštění anebo vznik oxidů či jiných chemických sloučenin, které jednotlivé strukturální součástky zbarvují. Dle působení chemických činidel na strukturu materiálu, a tím i způsobu jejího zviditelnění, rozlišujeme tzv. leptání plošné, leptání hranic zrn a leptání barevné.

Leptadlo se nanáší na povrch vzorku buď pomocí vaty či buničtinového tamponu smočeného v leptadle, nebo samotným ponořením vzorku do leptadla připraveného v Petriho

mise. Výhodná je také aplikace leptadla na povrch vzorku pomocí pipety. Po naleptání se povrch vzorku opláchne a osuší.

Potírání je upřednostňováno u těch kovů a slitin, které vytváří na povrchu vzorku spolu s působením atmosféry houževnaté oxidy. Takovými materiály jsou např. nerezové oceli, hliník, nikl, titan a jejich slitiny. [16]

Čas leptání se mění s použitým leptadlem a zkoumaným materiálem. Není-li znám, stanovuje se na základě zkušenosti či metodou pokus-omyl.

Obecně by mělo platit, že pro pozorování s vysokým zvětšením by měla být hloubka naleptání malá, zatímco pro pozorování s menším zvětšením přináší větší naleptání větší obrazový kontrast. [16]

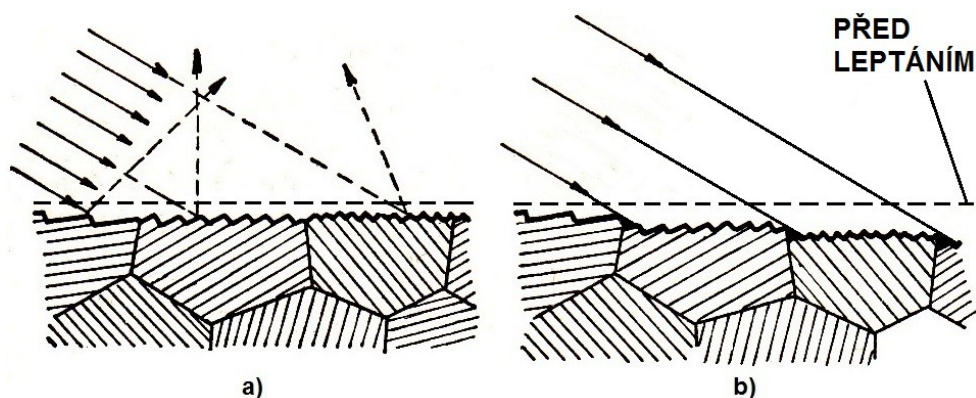
Chemické leptání povrchu metalografického vzorku pro odhalení a zvýraznění jeho krystalové struktury je metoda závislá na mnoha aspektech. Mezi nejdůležitější faktory patří zejména chemické složení a struktura zkoumaného materiálu, kvalita leptadla, jeho složení, teplota a čas od jeho přípravy, doba a způsob leptání. Velmi usnadňujícím faktorem jsou také znalosti a zkušenosti v této problematice.

Některé materiály lze leptat snadno, bez problémů. Pro velké množství kovových materiálů jsou již sepsány podrobné postupy. U jiných materiálů je však leptání problematické a vhodný postup je třeba stanovit pokusně.

2.3.1 Plošné leptání

Podstatou plošného leptání je rozdílná rychlost rozpouštění zrn, která je závislá na krystalografické orientaci zrn vůči vyleštěné rovině vzorku.

Použitím vhodného leptadla aplikovaného na povrch metalografického vzorku dojde nejprve k rozpouštění tvářené B-vrstvy. Následně jsou plochy jednotlivých zrn vyleptány do tvaru stupínků orientovaných u každého zrna dle jeho vlastní krystalografické orientace. Paprsky dopadající na stupínky orientované u každého zrna jinak se i rozdílně odráží, a tudíž se jednotlivá zrna jeví různě zbarvená. Tento princip je znázorněn na obrázku 2.7a. [12] [15]



Obr. 2.7ab. Schéma plošného leptání [12]
 a) princip rozdílného zbarvení jednotlivých zrn
 b) s pokračujícím leptáním vynikají i hranice zrn

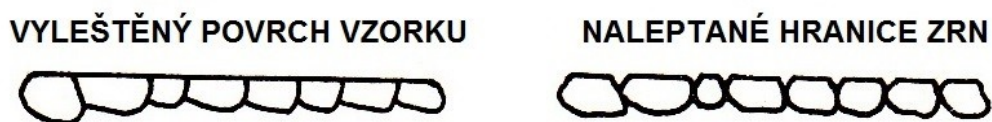
Dalším působením leptadla se plošky jednotlivých zrn začnou od původní společné roviny vzájemně výškově lišit, protože rychlost rozpouštění každého zrna závisí na jeho krystalografické orientaci. Obrysy odstupňovaných plošek zvýrazněné vrženým stínem znázorňuje obrázek 2.7b. Díky tomu jsou zvýrazněny hranice zrn. V některých případech však nemusí být toto odstínění příliš zřejmé. [15]

V důsledku rozdílných rozpouštěcích rychlostí nejen samotných zrn, ale i jednotlivých strukturních složek, vzniká při plošném leptání mikrorelief. Čím více je strukturní složka odolná proti použitému leptadlu, tím více vyčnívá z povrchu naleptaného vzorku. [15]

2.3.2 Leptání hranic zrn

V místech styku jednotlivých zrn kovového materiálu dochází k porušení pravidelného uspořádání krystalografické mřížky. Atomy kovu mají v těchto oblastech větší volnou energii, vyšší je zde i hustota poruch krystalografické mřížky. Na hranicích zrn lze pozorovat i zvýšený výskyt nečistot a cizích částic, které sem byly vytlačeny při krystalizaci, tedy růstu zrna.

Při leptání hranic zrn napadá vhodně zvolené leptadlo hranice zrn právě v důsledku výše uvedených defektů. Tedy jednak proto, že atomy zde mají vyšší volnou energii, dále že nečistoty a cizí částice mají obecně vůči leptadlu menší odolnost než základní materiál. Pokud mají částice v oblasti hranic zrn v leptadle rozdílný potenciál, vznikají navíc mikročlánky, které leptání ještě více podporují. Schéma naleptání hranic zrn je na obrázku 2.8.



Obr. 2.8. Schéma naleptání hranic zrn [12]

Hranice zrn mohou být zvýrazněny také vrženým stínem od vzniklého reliéfu při plošném leptání, jak je popsáno ve článku 2.3.1 a znázorněno na obrázku 2.7b. [12] [15] [17]

2.3.3 Barevné leptání

Při barevném leptání nedochází k významnému naleptání struktury vzorku, ale ke vzniku chemických produktů zajišťujících výsledný barevný efekt. Výsledkem barevného leptání je tedy rozdílné zbarvení jednotlivých fází nebo pouze některých strukturních součástí zkoumané struktury. Vlivem vzájemné reakce mezi materiálem vzorku a vhodným činidlem se na povrchu jednotlivých fází nebo strukturních součástí vzorku vytvoří souvislá vrstvička oxidů či povlak chemických sloučenin. Rozdílné zbarvení je při pozorování způsobeno nejčastěji interferencí světla na vzniklé vrstvě či samotným zbarvením vzniklých produktů. Paleta barev může být značně pestrá, jednotlivé fáze či strukturní součásti mohou být také odlišeny pouze různými odstíny shodné barvy. [12] [15]

2.4 Elektrolytické leštění

Tradičními metodami mechanického leštění se na leštěném povrchu vzorku vytváří tenká tvářená Beilbyho vrstva. Tvrdé a pevné strukturní částice materiálu (např. částice karbidů), které se při leštění uvolní, vměstky, atp. mohou být do leštěného povrchu zamačkávány nebo ho škrábat. Problematické je rovněž leštění velmi tvárných nebo houževnatých materiálů, u nichž se při mechanickém broušení a leštění tvoří rýhy a vzniká hluboká Beilbyho vrstva, jež brání v pozorování jejich struktury.

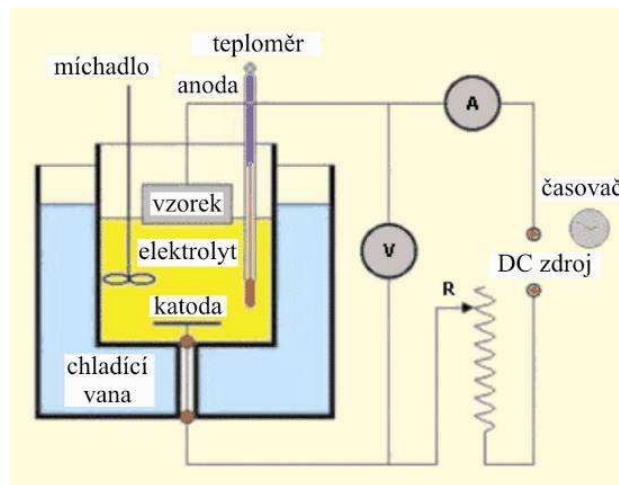
Vhodnou metodou, která do leštěného povrchu nezanáší žádné mechanické deformace, je elektrolytické leštění.

Objevitelem elektrolytického leštění je P. A. Jacquet, který v roce 1929 uveřejnil první úspěšné výsledky, dosažené při leštění mědi a jejích slitin.

2.4.1 Metodika elektrolytického leštění

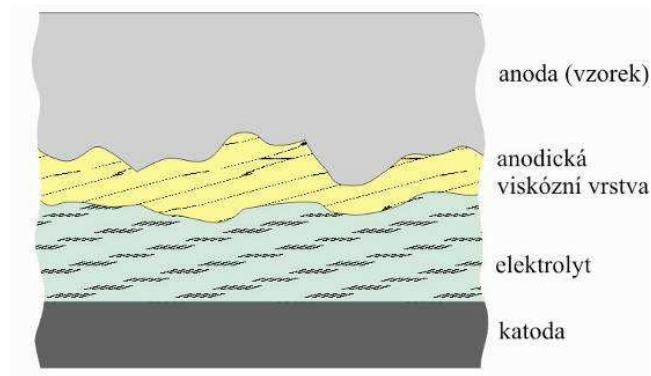
Vzorek určený k elektrolytickému leštění se odmastí a zapojí jako anoda. Katodu tvoří nejčastěji destička z nerezové oceli, může to však být i jiný vhodný odolný kov, jako např. měď či platina.

Obvodem, tvořeným katodou, anodou, elektrolytem vhodného složení a zdrojem stejnosměrného napětí, se nechá protékat elektrický proud vhodné intenzity. Během této doby dochází k rozpouštění nerovností vzorku, jež přechází do elektrolytu ve formě iontů. Schéma obvodu elektrolytického leštění je na obrázku 2.8.



Obr. 2.8. Schéma obvodu elektrolytického leštění [18]

Jednou z teorií, jak dochází k leštění vzorku a vyhlazování jeho povrchu je Jacquetova teorie viskózní vrstvičky (filmu). Tato teorie vysvětluje mechanismus elektrolytického leštění tím, že se při průchodu elektrického proudu vytvoří na povrchu anody tenká viskózní vrstvička produktů, vzniklých vzájemným působením mezi anodou (povrchem vzorku) a elektrolytem. Výška této vrstvičky není po celém povrchu stejná, nejmenší je nad výstupky a největší nad prohlubněmi povrchu. Viskózní film má určitý elektrický odpor, a protože se jeho tloušťka po povrchu vzorku mění, mění se i proudová hustota, která je vyšší v místech výstupků a nižší v místech prohlubní. Tak dochází při vhodně nastavených parametrech procesu k vyrovnávání nerovností a leštění povrchu vzorku. Vzniklý film a jeho rozdílnou tloušťku po povrchu vzorku znázorňuje obrázek 2.9. [12]



Obr. 2.9. Viskózní vrstva při elektrolytickém leštění [18]

Viskózní vrstvička svou přítomností omezuje průchod elektrického proudu, procházejícího vytvořeným obvodem. Díky této skutečnosti lze proces elektrolytického leštění popsat závislostí proudové hustoty na napětí. Vynesením této závislosti do grafu vytvoříme tzv. charakteristiku. [12]

2.4.2 Parametry elektrolytického leštění

Parametry pro správné fungování procesu se rozumí zejména správné nastavení proudových parametrů, vhodné složení a teplota elektrolytu, čas trvání procesu. Proces dále ovlivňuje rychlost proudění elektrolytu, vzdálenost elektrod, atp.

Doba potřebná k vyleštění povrchu vzorku se udává v sekundách (běžně v rozmezí 1 až 2 minut), a závisí též na předchozí přípravě povrchu vzorku. Obecně lze konstatovat, že čím precizněji byl vzorek před samotným elektrolytickým leštěním vybroušen, tím je doba leštění kratší. Jeden z postupů pro přípravu vzorku nerezové oceli uvádí v metodice ruční broušení SiC brusným papírem postupně do hodnoty 1000# [19]. V jiném je uvedeno broušení brusnými papíry pro odstranění škrábanců a deformačních vrstev z předchozích procesů pouze do hodnoty 600# [20]. Pečlivá příprava povrchu vzorku před jeho vlastním elektrolytickým leštěním má vliv nejen na dobu trvání procesu, ale i na jeho celkový výsledek. Jsou-li na povrchu vzorku před elektrolytickým leštěním výrazné rýhy či deformace, je velmi nepravděpodobné, že by je elektrolytické leštění odstranilo, neboť při něm dochází k úběru jen velmi malého množství materiálu. [12] [16]

Důležitým faktorem elektrolytického leštění je **hustota elektrického proudu**. Je-li hustota elektrického proudu příliš vysoká, povrch vzorku koroduje, je-li naopak příliš nízká, povrch vzorku se nenaleptává.

Teplotu elektrolytu je během leštění třeba udržovat na předepsané hodnotě. Elektrolyt může být zahříván či chlazen pomocí vody, topných či chladících spirál, desek, výměníků tepla, atp. Výhodné je využití cirkulačního systému. Pokud je teplota elektrolytu příliš vysoká, dochází vlivem chemických reakcí mezi elektrolytem a povrchem vzorku k jeho naleptávání. [12]

Jedním z důležitých faktorů je také **umístění a poloha anody vůči katodě**. Anoda může být v poloze horizontální nebo vertikální, přičemž horizontální poloha je pro elektrolytické leštění výhodnější. V případě horizontální polohy lze vzorek (anodu) umístit nad katodu, nebo pod ní. Vhodnějším se jeví umístění pod katodu. V opačném případě bublinky vznikající při elektrolytickém leštění ulpívají na povrchu vzorku a způsobují nerovnoměrnost lešticího procesu. Je třeba dbát na to, aby leštěný povrch a katoda byly spolu rovnoběžné a proudová hustota byla na celém leštěném povrchu stejná. Plocha katody by měla být minimálně třikrát větší než plocha vzorku. [12]

Pro elektrolytické leštění se používají elektrolyty nejrůznějšího chemického složení. **Volba elektrolytu** závisí především na materiálu leštěného vzorku. Obecně lze elektrolyty rozdělit na kyselé a alkalické. Jejich součástí je dále voda nebo organické rozpouštědlo (glycerin, etylalkohol) a jiné vhodné přísady. [15] Vzhledem k velikému množství užívaných elektrolytů zde uvádím pouze některé složky elektrolytů vhodných pro elektrolytické leštění nerezové oceli, jsou to např.: kyselina fosforečná, kyselina sírová, glycerin, etylalkohol, kyselina chloristá, atp. [12] V současné době se také používají již připravené elektrolyty, jejichž chemické složení není uváděno. Mají svá specifická označení a vhodnost jejich použití udává tabulka výrobce.

2.4.3 Elektrolytické leptání

Princip elektrolytického leptání je v podstatě shodný s principem elektrolytického leštění. Proto lze běžně provádět na přístroji pro elektrolytické leštění. Hlavní rozdíl je zejména v nižších hodnotách parametrů. Napětí se volí přibližně v rozmezí 2 až 6 V. Vzorek může být v obvodu pro elektrolytické leptání zapojen jako anoda (leptání anodické) či jako katoda (leptání katodické). Mimo stejnosměrného proudu lze však použít i proud střídavý (ten je vhodný pro kovy se zvlášť vysokou chemickou odolností). Oproti elektrolytickému leštění lze použít rozdílného elektrolytu. [12]

2.4.4 Využití elektrolytického leštění

Elektrolytické leštění je metoda, kterou se dosahuje čistě vyleštěného povrchu bez nežádoucího mechanického či tepelného ovlivnění zkoumaného materiálu. Jedná se o metodu rychlou a produktivní, poskytující výborné výsledky pro zkoumání mikrostruktury.

Elektrolytické leštění není vhodné pro identifikaci karbidů, které jsou po něm vybledlé nebo se jeví zvětšené. Také má sklon zaoblovat hrany spolu s okolními povrchy, proto je třeba vést v patrnosti, že se praskliny či póry mohou při pozorování jevit větší. [12] [19]

3 Experimentální část

Vzorky aluminidů železa byly nejprve připraveny běžným způsobem, tj. broušením a mechanickým leštěním. Poté byl takto připravený povrch vzorků naleptán. V dalším kroku byly vzorky opětovně broušeny a leštěny elektrolyticky. Ve finální fázi každého kroku proběhlo pozorování a pořízení snímků jejich struktury.

3.1 Zkoumané materiály

Vlastní experiment pro optimalizaci přípravy metalografických vzorků aluminidů železa byl proveden na slitinách s označením FA-Ti, FA-C1, FA-C2 a FA-Zr, z nichž první tři jsou slitiny typu FeAl a poslední čtvrtá typu Fe₃Al. Jejich složení v atomových procentech je uvedeno v tabulce 3.

Tab. 3. Složení materiálů použitých pro experiment. Čísla v závorkách jsou označení taveb a jsou zde uvedena pouze pro interní účely KMT.

Označení materiálu	Složení [at. %]						Fe
	Al	C	Ti	Si	Zr	Cr	
FA-Ti (528)	40,4	0,095	1,8	-	-	-	do celku
FA-Zr (GA2)	26,48	0,5	-	-	0,27	3,58	do celku
FA-C1 (689)	43,26	3,83	-	0,78	-	-	do celku
FA-C2 (691)	42,96	4,89	-	0,69	-	-	do celku

Připraveno bylo celkem osm vzorků aluminidů, z každého materiálu dva. Jeden vzorek z každé dvojice byl ponechán v základním stavu (po výrobě materiálu), druhý byl tepelně zpracován. Tepelné zpracování (dále TZ) bylo provedeno v komorové peci (Rumler), a bylo jím žíhání po dobu 50 h při teplotě 1000 °C.

Pro srovnání byl stejnými postupy přípravy preparován i jeden vzorek nerezové oceli 1.4845 (ČSN EN 10095) v základním stavu. Jeho struktura byla rovněž po každé finální fázi přípravy pozorována a zaznamenána. Procentuální zastoupení legur této oceli je uvedeno v tabulce 4.

Tab. 4. Obsah legujících prvků oceli 1.4845 ČSN EN 10095

ocel 1.4845 ČSN EN 10095				
Cr	Ni	C	Mn	Si
24 až 26 %	19 až 22 %	< 0,1 %	< 2 %	< 1,5 %
staré označení: AISI 310S, ČSN 17 255				

Jediným rozdílem v přípravě vzorku oceli bylo chemické leptání, kdy bylo použito leptadlo Rollason o chemickém složení 5 g chloridu železitého, 50 ml kyseliny solné a 100 ml vody. Leptání probíhalo potíráním vzorku buničinou smočenou v leptadle a ukončeno po mírném zmatnění povrchu vzorku.

Protože vzorek oceli slouží pouze pro srovnání, není již v níže uváděných postupech zmiňován. Snímky výsledného vzhledu jeho struktury po jednotlivých postupech přípravy jsou uvedeny (spolu s ostatními) v kapitole 3.4.

Označení vytvořených vzorků odpovídá označení materiálu vzorku, tedy FA-Ti, FA-Zr, FA-C1, FA-C2 a 1.4845 (ocel). Tepelně zpracované vzorky jsou za svým označením doplněny ještě značkou TZ (např. FA-Ti/TZ).

3.2 Standardní příprava vzorků

Vzorky byly připravovány dle zásad správné přípravy metalografických vzorků.

3.2.1 Řezání vzorků

Dělení výchozích materiálů na potřebnou velikost vzorků bylo provedeno na metalografické pile Delta AbrasiMet Cutter od firmy Buehler. Nástrojem byl středně měkký rozbrušovací kotouč od stejného výrobce. V případech, kdy byly rozměry výchozího materiálu velmi malé, bylo nutné využít i přesné metalografické pily IsoMet 1000 (Buehler) s diamantovým kotoučem. Dbáno bylo zejména na ochranu vzorků před tepelným ovlivněním.

3.2.2 Zalití vzorků

Vzorky byly zality do preparační hmoty ProbeMet. Z ekonomického hlediska bylo k zalití použito pouze nezbytné množství této hmoty, zbytek byl doplněn transparentní hmotou Dentacryl. Zalití vzorků bylo provedeno na metalografickém lisu SimpliMet 1000 od firmy Buehler s následujícími parametry procesu: zahřívání 3:30 min, chlazení 4:30 min, teplota 180 °C, tlak 230 bar.

3.2.3 Broušení a mechanické leštění

Broušení a mechanické leštění zalitých vzorků pro první část experimentu bylo provedeno na metalografické brusce Phoenix Beta s přítlačnou hlavou Vector od firmy Buehler. Postup broušení a mechanického leštění vzorků je uveden v tabulce 5. Všech osm vzorků bylo

připravováno stejně uvedeným postupem. Před vlastním pozorováním byly vzorky opláchnuty studenou vodou, izopropylalkoholem a osušeny fénem.

Tab. 5. Postup a parametry mechanického broušení a leštění vzorků

Operace						
Parametry	Broušení		Leštění			
	1	2	1	2	3	4
Prostředek	# 320	# 800	9 μm	3 μm	1 μm	oxidická lešticí suspenze
	brusný papír SiC		polykrystalická diamantová suspenze + smáčedlo			
Označení prostředku (výrobce)	Waterproof SiC foil (Struers)		9 μm (Buehler)	3F μm (Buehler)	1F μm (Buehler)	OP-S (Struers)
Čas [min]	4		6	6	4:30 (6)	8:30
Přítlak [N]	15		10 (15)	10 (15)	10	10
Otáčky [min ⁻¹]	300		125			125
Poznámka	-		poslední 1 min přítlak 5 N		poslední 1:30 min přítlak 5 N	-
Kotouč (výrobce)	unášecí kotouč Gekko (Struers)		Ultra-pol	Trident	Microcloth	Bílý textilní
Pozn.: Hodnoty v závorce byly použity pro slitiny FA-C1 a FA-C2.						

3.2.4 Leptání vzorků

Po zdokumentování struktury vzorků připravených běžným způsobem (tj. mechanickým leštěním), byl v dalším kroku jejich povrch pro zvýraznění struktury naleptán. Prostředkem bylo leptadlo pro zvýraznění hranic zrn o chemickém složení: 11 ml HCl, 22 ml HNO₃ a 67 ml H₂O. Leptání proběhlo ponořením vzorků do leptadla. Doba leptání byla 3 až 4 sekundy. Bezprostředně po leptání byly vzorky opláchnuty ve studené vodě, následně izopropylalkoholem a vysušeny fénem. Poté proběhlo jejich pozorování.

3.3 Elektrolytické leštění vzorků

3.3.1 Příprava vzorků

Před provedením elektrolytického leštění musely být vzorky zbaveny zalévací hmoty, do které byly zalisovány. To zejména z důvodu dosažení správného připojení vzorku do obvodu

elektrolytického leštění. V případě použití vodivé zalévací hmoty by došlo ke zkreslení elektrických vlastností vzorků.

Před elektrolytickým leštěním byly vzorky materiálů (již bez preparační hmoty) ručně broušeny na SiC papíře. Postup tohoto broušení je uveden v tabulce 6.

Tab. 6. Parametry ručního broušení vzorků před elektrolytickým leštěním

Ruční broušení na SiC papíře			
krok	1	2	3
SiC papír	# 320	# 500	# 1200
otáčky [min^{-1}]	300	200	

3.3.2 Příklad pro elektrolytické leštění

Elektrolytické leštění vzorků bylo provedeno na elektrolytické leštičce LectroPol-5 od firmy Struers (obr. 3.1).



Obr. 3.1. Elektrolytická leštička LectroPol-5 [21]

Přístroj LectroPol-5 sestává z řídicí jednotky, jejíž součástí je zdroj elektrického proudu a napětí, a také ovládací panel, umožňující obsluhu ovládání přístroje. Obsluha může volit jeden z deseti předem nastavených procesů elektrolytického leštění (pro běžně používané materiály, jako např. ocel, kalená ocel, nerezová ocel, hliník, slitiny hliníku, mosaz a bronz,

měď, atp.), nebo může využít funkce skenování materiálu (Scan), která proměřením vloženého vzorku vytvoří jeho vlastní charakteristiku (křivku proudové hustoty). Na základě této vygenerované charakteristiky vzorku lze pak definovat vhodné parametry pro jeho elektrolytické leštění.

Druhou součástí přístroje je leštící jednotka, tedy samotná elektrolytická leštička. Jejím charakteristickým prvkem je leštící stůl, jehož součástí je (horizontálně uložená) katoda. Dále se zde nachází výsuvný trámec s kovovým břitem (anoda), který se umístí na vzorek, a tím se zajistí uzavření elektrického obvodu. Do leštící jednotky se také vkládá nádoba s elektrolytem.

3.3.3 Volba parametrů elektrolytického leštění

Pro volbu parametrů elektrolytického leštění platí principy uvedené ve článku 2.4.2. Při jejich volbě bylo také využito poznatků a rad uvedených v návodu k obsluze použitého přístroje od firmy Struers.

Na přístroji LectroPol-5 byly voleny následující parametry (tabulka 7):

Tab. 7. Volené parametry elektrolytického leštění na přístroji LectroPol-5

Označení na displeji přístroje LectroPol-5	Význam
Mode	režim
Area	velikost otvoru v masce [cm ²]
Temp.	maximální teplota elektrolytu [°C]
Electrolyte	označení elektrolytu
Voltage	velikost napětí [V]
Flow rate	průtok elektrolytu
Time	doba procesu [s]

Mode – režim:

Tato volba zahrnuje volbu jedné z variant preparačního procesu. Pro experiment byly použity následující varianty procesu:

POLISHING/ETCHING (leštění a následné leptání)
 POLISHING ONLY (pouze leštění)

Area – velikost otvoru v masce:

Přes otvor leštícího stolu odkrývajícího část katody se před elektrolytickým leštěním klade tzv. maska. Maska je plochá plastová miska s otvorem definovaného průřezu uprostřed. Na tuto masku se umísťuje vlastní vzorek, který musí otvor v masce zcela zakrýt. Tak je definována plocha vzorku přicházející při elektrolytickém leštění do kontaktu s elektrolytem (a tomu odpovídající proudová hustota). K dispozici jsou masky s otvory 0,5; 1; 2 a 5 cm² (viz obr. 3.2). Pro experiment bylo použito masky o velikosti otvoru 0,5 cm².



Obr. 3.2. Masky pro elektrolytické leštění [21]

Temp. – maximální teplota elektrolytu:

Jedná se o nastavení maximální teploty elektrolytu. Je-li jí dosaženo, spustí se automatické chlazení. Chlazení u přístroje LectroPol-5 je zajištěno prostřednictvím chladících cívek a může být zprostředkováno připojením přístroje k externí chladicí jednotce či k vodovodu. U přístroje použitého pro experiment se jednalo o druhou variantu a maximální hodnota teploty byla nastavena na 25 °C.

Electrolyte – typ/označení elektrolytu:

Elektrolytické leštění bylo prováděno k přístroji dodanými elektrolyty označenými A2 a A3. Přednostně byl pro všechny vzorky použit elektrolyt A2. V případě slitin, u kterých se nepodařilo četnými kombinacemi nastavení leštících parametrů dosáhnout optimálních výsledků, bylo přistoupeno též k užití elektrolytu A3. Vhodnost použití jednotlivých elektrolytů pro různé materiály udává výrobce – viz tabulku 8.

Tab. 8. Vhodnost použití elektrolytů A2 a A3 od firmy Struers [21]

Elektrolyt	
A2	A3
Hliník	Martenzitická ocel
Železo	Molybden
Nikl	Nerezová ocel
Stříbro	Titan
Nerezová ocel	Vanad
Oceli	Zirkonium
Cín	
Titan	

Použitý elektrolyt pro konkrétní vzorek je uveden v tabulce výsledných parametrů elektrolytického leštění na konci této kapitoly (tabulka 9).

Flow rate – průtok elektrolytu:

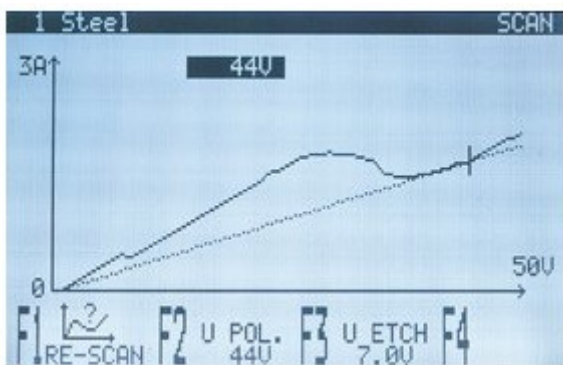
Jedná se o bezrozměrnou číselnou hodnotu (v rozsahu 0 až 20) vyjadřující velikost průtoku elektrolytu. Průtok elektrolytu se nastavuje tak, že se přes otvor lešticího stolu umístí maska, kterou hodláme použít pro elektrolytické leštění, a spustí se čerpadlo elektrolytu. Pokud je průtok elektrolytu příliš malý, elektrolyt vytéká regulačním kanálem a jeho hladina vůbec nedosáhne otvoru v masce. Je-li naopak hodnota průtoku příliš vysoká, z otvoru masky vytéká přílišné množství elektrolytu, což není pro proces elektrolytického leštění žádoucí.

Vhodně nastavený průtok elektrolytu je takový, kdy hladina elektrolytu dosáhne otvoru masky a začne nepatrně přetékat. V případě tohoto experimentu se jednalo o hodnotu 14.

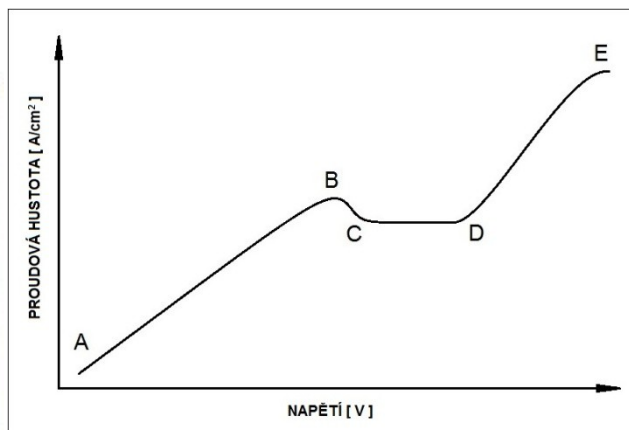
Voltage – velikost napětí:

Velikost napětí lze na přístroji LectroPol-5 nastavit v rozmezí 0 až 1000 V pro leštění a 0 až 25 V pro leptání. Pro běžně používané materiály je optimální hodnota napětí nastavena v uložených procesech (lze ji však také změnit, optimalizovat).

U nového materiálu se při volbě napětí vychází z vygenerované křivky proudové hustoty daného vzorku. Ta, jak již bylo uvedeno, se u přístroje LectroPol-5 získá pomocí funkce Scan. Snímek takto získané charakteristiky vzorku je na obrázku 3.3a.



a)



b)

Obr. 3.3ab. Křivka proudové hustoty materiálu
 a) naměřená charakteristika vzorku [21]
 b) ideální křivka proudové hustoty

Na obrázku 3.3b je zobrazena ideální křivka proudové hustoty. Jak již bylo uvedeno v teoretické části, pro elektrolytické leštění je třeba vznik viskózní vrstvičky na povrchu vzorku. Tvorba této vrstvičky začíná v oblasti B – C. Pro rovnoměrné leštění vzorku je třeba, aby vzniklá vrstva byla co nejsilnější. Toho je dosahováno v oblasti C – D.

Jak je patrné z obrázku 3.3a, samotná volba hodnoty napětí probíhá pomocí posouvání kurzoru po vygenerované křivce. Optimální hodnota napětí pro elektrolytické leštění by se měla nacházet v oblasti C – D, kdy průvodič kurzoru svírá s osou napětí co nejmenší úhel (tedy blíže bodu D).

Oblast A – B je oblast přímého anodického rozpouštění, je tedy vhodná pro elektrolytické leptání. Hodnota napětí pro elektrolytické leptání se volí nejčastěji v rozmezí 2 až 6 V, tedy ve spodní části oblasti A – B.

V oblasti D – E dochází k vývinu plynu a vzniku bublinek, které ulpívají na povrchu vzorku a způsobují nerovnoměrnost lešticího procesu. Navíc mohou být příčinou vzniku důlkové koroze. Hodnoty napětí ležící v této oblasti nejsou proto pro použití vhodné.

Při experimentu byla pro jednotlivé materiály vyzkoušena a užitá celá řada hodnot napětí v intervalu 4 až 39 V pro leštění a 3,5 až 6 s pro leptání. Napětí, při kterém bylo dosaženo nejlepšího výsledku, je uvedeno u každého materiálu (spolu s ostatními parametry) v tabulce 9.

Time – doba procesu:

Doba trvání procesu se volí po již dokončeném nastavení optimálního napětí. Volí se, stejně jako napětí, pro každý proces (leptání, leštění) zvlášť. Při správném nastavení napětí by měla doba trvání procesu ovlivňovat pouze množství odebraného materiálu. V takovém případě lze prodloužením doby procesu dosáhnout hladšího povrchu vzorku. Příliš dlouhá doba může být však v některých případech příčinou vzniku důlkové koroze. [22] U experimentu se doba pohybovala v rozmezí 3 až 40 s pro leštění a 2 až 6 s pro leptání.

Následně je uvedena tabulka 9 s výslednými parametry elektrolytického leštění.

Tab. 9. Výsledné parametry elektrolytického leštění

Tabulka výsledných parametrů elektrolytického leštění						
Parametr / materiál	FA-Zr a FA-Zr/TZ	FA-Ti a FA-Ti/TZ	FA-C1 a FA-C1/TZ	FA-C2 a FA-C2/TZ	1.4845	
	(Fe ₃ Al)	(FeAl)			(ocel)	
Režim [-]	POLISHING ONLY (pouze leštění)		POLISHING ONLY (pouze leštění)		POLISHING/ETCHING (leštění a leptání)	
Hodnota průtoku elektrolytu [-]	13	13	14	14	13	
Použitý elektrolyt [-]	A2	A2	A2	A2	A2	
Napětí [V]	27	19	14	14	leštění	leptání
					35	3,5
Doba procesu [s]	40	40	4	4	25	2

Ve všech případech byla velikost otvoru v masce 0,5 cm² a maximální teplota elektrolytu 25 °C.

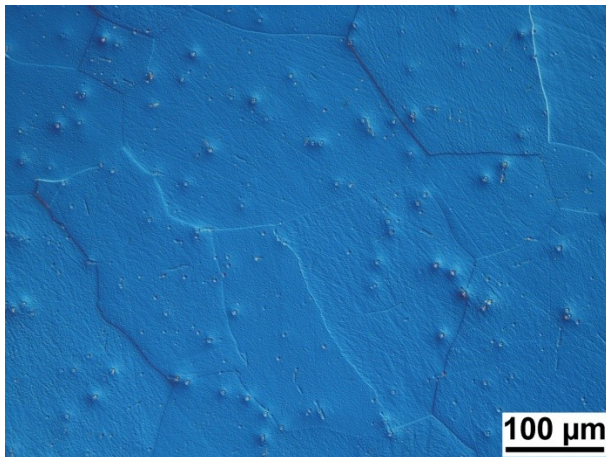
3.4 Vyhodnocení struktury

V následujících kapitolách jsou zobrazeny výsledné struktury jednotlivých materiálů po uvedeném způsobu přípravy.

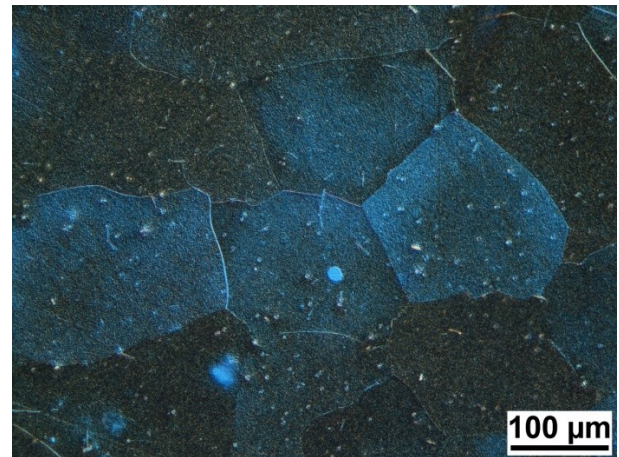
Pozorování vzorků a pořizování snímků jejich struktury bylo prováděno na metalografickém mikroskopu Nikon Epiphot 200 s 5 MPx CCD kamerou propojenou s PC. Příslušné úpravy a nastavení pro zhotovované snímky byly provedeny prostřednictvím programu NIS-Elements AR 3.1.

Pozorování struktury zkoumaných materiálů (a pořizování snímků) bylo provedeno při metodě světlého pole s využitím diferenciálního interferenčního kontrastu dle Nomarského.

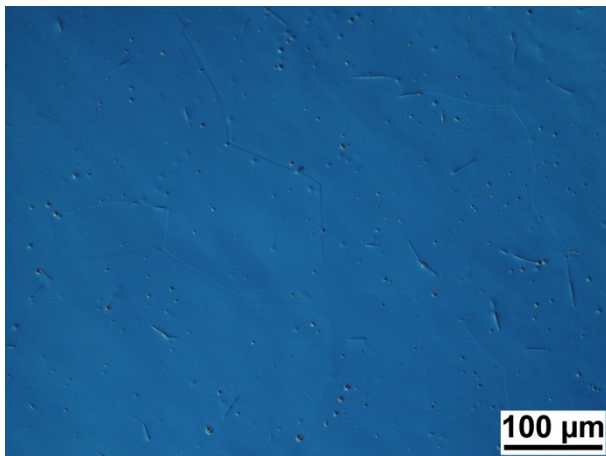
3.4.1 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Ti



Obr. 4.1a. Struktura slitiny FA-Ti, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.1b. Struktura slitiny FA-Ti, chemické leptání, 200x, DIC



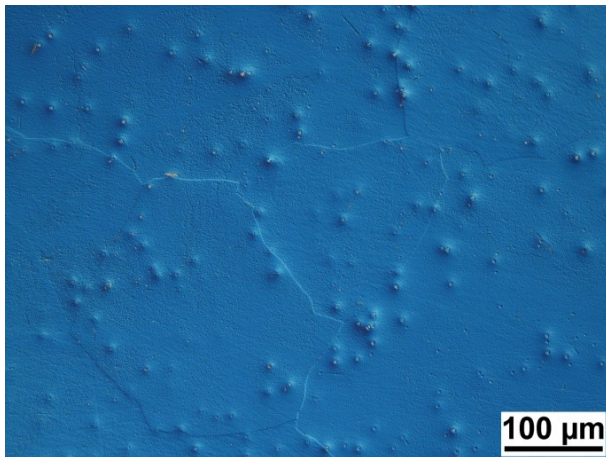
Obr. 4.1c. Struktura slitiny FA-Ti, elektrolytické leštění, 200x, DIC

Obr. 4.1a: Po mechanickém broušení a leštění jsou dobře patrná zrna materiálu díky vzniklému reliéfu. Dobře zviditelněné jsou také precipitované částice (pravděpodobně karbidu titanu TiC). Na vyleštěném povrchu jsou patrné rýhy, patrně způsobené právě uvolněnými precipitáty.

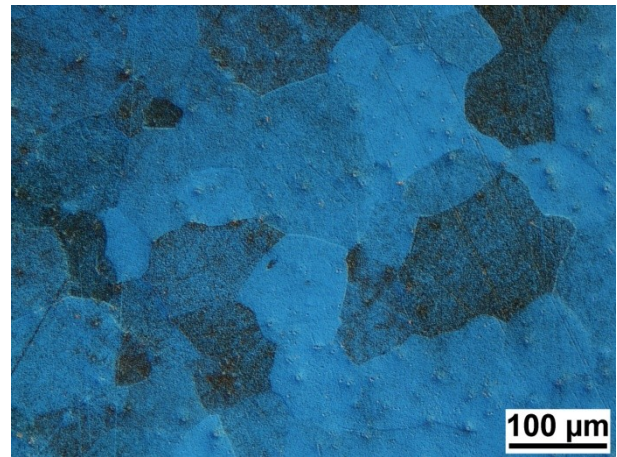
Obr. 4.1b: Po chemickém leptání jsou patrná zrna materiálu a jejich hranice. Karbidické částice nejsou již tak zřetelně zvýrazněny.

Obr. 4.1c: Po elektrolytickém leštění jsou dobře viditelné karbidické útvary v základním materiálu a jejich tvar. Dostí slabě jsou patrné hranice zrn. Povrch je hladký, nepatrně zvlněný, bez rýh.

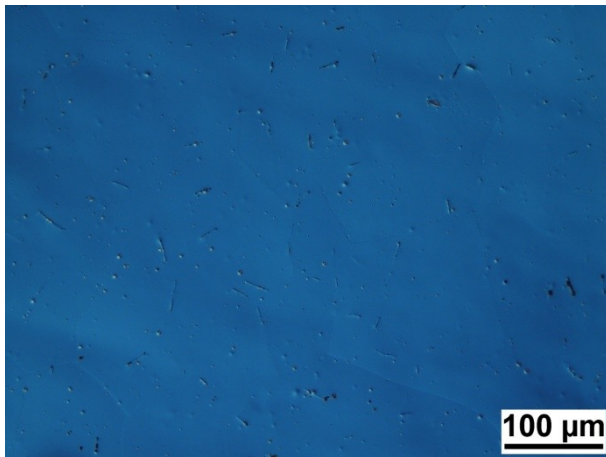
3.4.2 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Ti/TZ



Obr. 4.2a. Struktura slitiny FA-Ti /TZ, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.2b. Struktura slitiny FA-Ti /TZ, chemické leptání, 200x, DIC



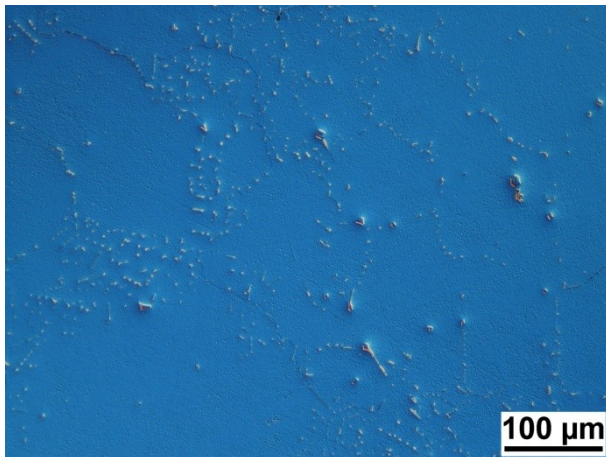
Obr. 4.2c. Struktura slitiny FA-Ti /TZ, elektrolytické leštění, 200x, DIC

Obr. 4.2a: Po mechanickém broušení a leštění jsou opět dobře patrná zrna materiálu spolu s precipitovanými částicemi. Dobře patrný je vzniklý reliéf, a tím i hranice zrn.

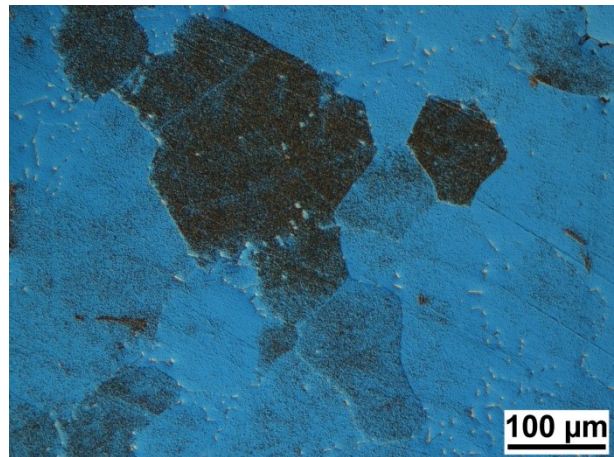
Obr. 4.2b: Po chemickém leptání jsou zviditelněna zrna materiálu a celkem dostatečně i jejich hranice. Částice karbidu nejsou téměř vůbec zvýrazněny. Zvýrazněny jsou naopak stopy po mechanickém broušení a leštění.

Obr. 4.2c: Po elektrolytickém leštění jsou opět dobře viditelné precipitované částice v základním materiálu a jejich tvar. Hranice zrn nejsou téměř vůbec patrné. Povrch je hladký, nepatrně zvlňený a bez rýh.

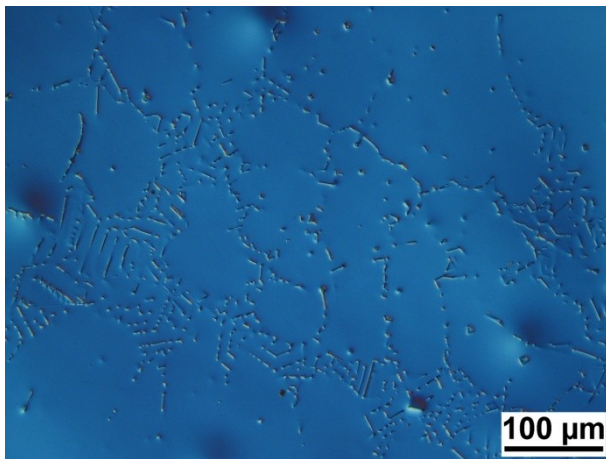
3.4.3 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Zr



Obr. 4.3a. Struktura slitiny FA-Zr, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.3b. Struktura slitiny FA-Zr, chemické leptání, 200x, DIC



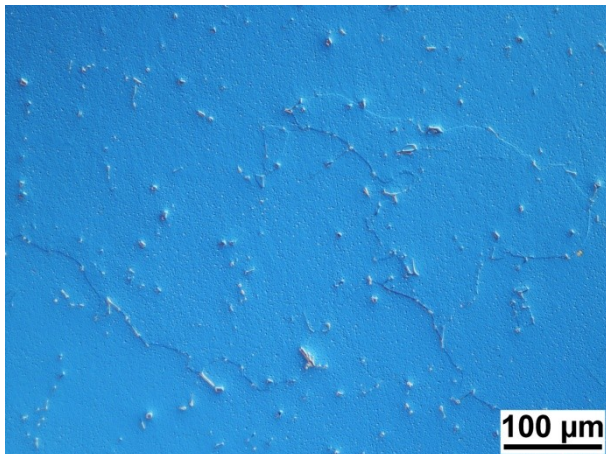
Obr. 4.3c. Struktura slitiny FA-Zr, elektrolytické leštění, 200x, DIC

Obr. 4.3a: Po mechanickém broušení a leštění nejsou zrna materiálu příliš patrná, lze je spíše odhadovat na základě částic, které se vyloučily po hranicích zrn. Precipitované částice jsou poměrně dobře zviditelněné.

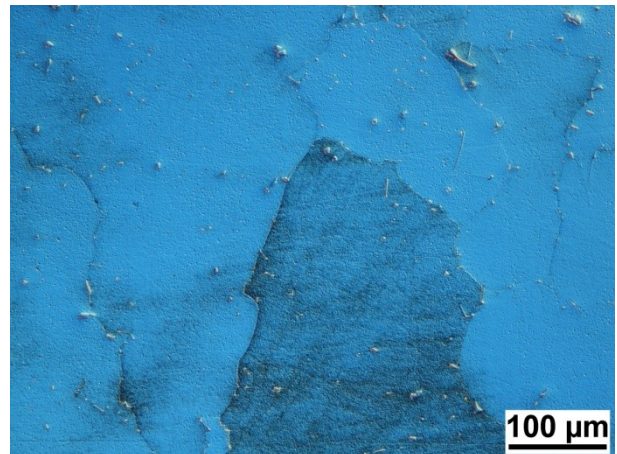
Obr. 4.3b: Po chemickém leptání jsou vzájemně rozlišena zrna pouze s výrazněji rozdílnou krystalografickou orientací. V těch případech jsou pozorovatelné i hranice zrn. Precipitované částice jsou oproti mechanickému broušení a leštění viditelné méně.

Obr. 4.3c: Po elektrolytickém leštění jsou zřetelně a dobře viditelné částice precipitátu a jejich tvar. Hranice zrn nejsou vůbec patrné. Povrch základního materiálu je dokonale hladký (bez rýh), patrné jsou pouze místní nerovnosti.

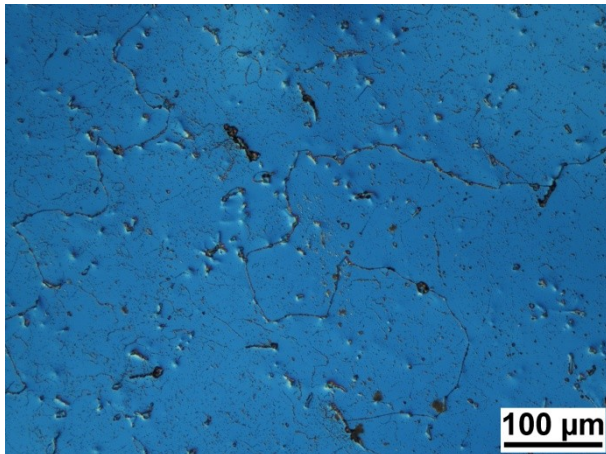
3.4.4 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-Zr/TZ



Obr. 4.4a. Struktura slitiny FA-Zr /TZ, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.4b. Struktura slitiny FA-Zr /TZ, chemické leptání, 200x, DIC



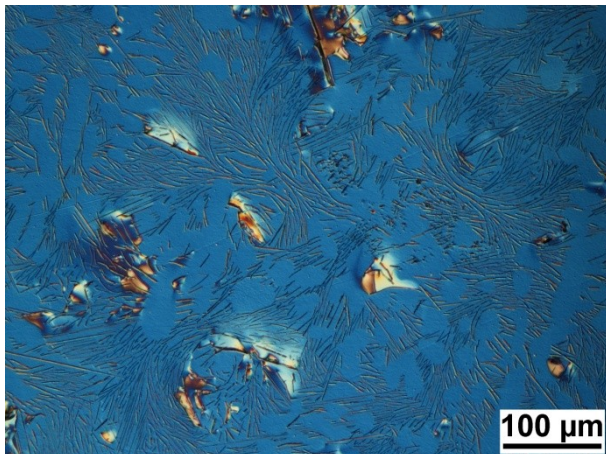
Obr. 4.4c. Struktura slitiny FA-Zr /TZ, elektrolytické leštění, 200x, DIC

Obr. 4.4a: Po mechanickém broušení a leštění jsou zrna materiálu patrná spíše ojediněle. Vlivem tepelného zpracování není možný ani jejich odhad, neboť částice jsou nyní v materiálu rovnoměrněji rozloženy.

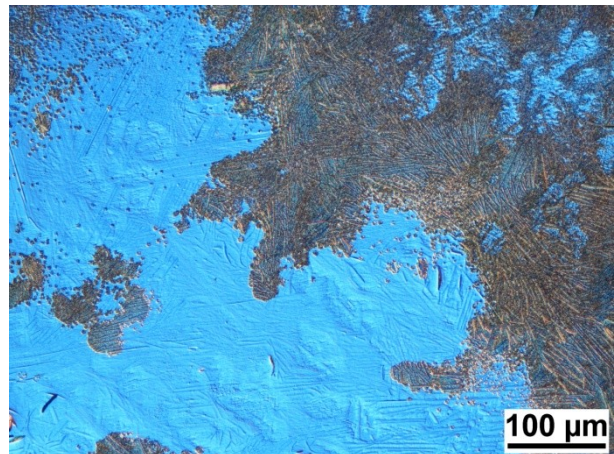
Obr. 4.4b: Po chemickém leptání jsou nepatrně zvýrazněny hranice zrn. Precipitované částice jsou oproti mechanickému broušení a leštění hůře viditelné.

Obr. 4.4c: Elektrolytickým leštěním bylo dosaženo naprosto hladkého povrchu. Výrazně bylo odhaleno rozložení precipitátů v základním materiálu. Hranice zrn nejsou vůbec patrné.

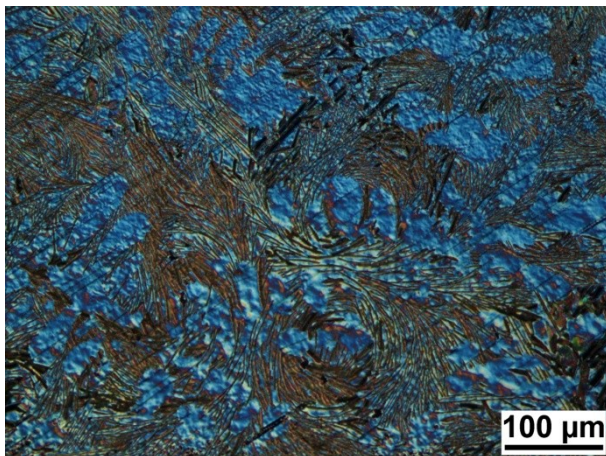
3.4.5 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C1



Obr. 4.5a. Struktura slitiny FA-C1, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.5b. Struktura slitiny FA-C1, chemické leptání, 200x, DIC



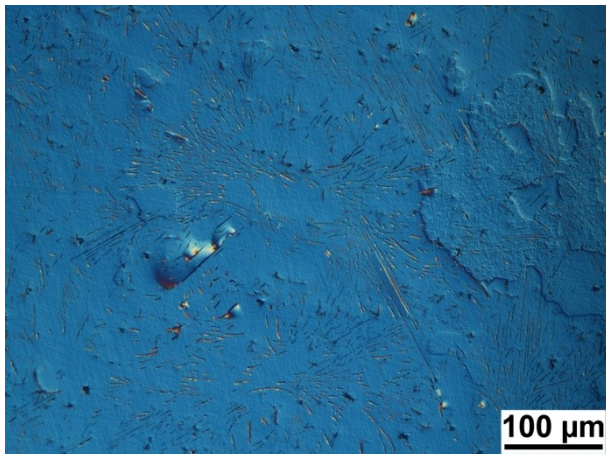
Obr. 4.5c. Struktura slitiny FA-C1, elektrolytické leštění, 200x, DIC

Obr. 4.5a: Mechanickým broušením a leštěním bylo dosaženo hladkého povrchu bez viditelných škrábanců a rýh. Velmi dobře je zviditelněno fázové uspořádání materiálu. Hranice zrn ani zrna samotná nejsou vůbec patrná.

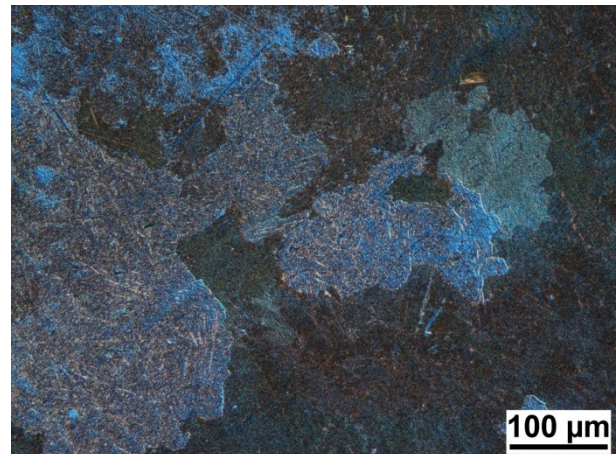
Obr. 4.5b: Zvoleným chemickým leptadlem nebylo dosaženo dostatečného zviditelnění struktury. Lze však pozorovat, že chemické činidlo napadlo přednostně rozhraní „lupínek“ přítomného karbidu hliníku Al_4C_3 , čímž byly zvýrazněny oblasti s jeho zvýšenou koncentrací.

Obr. 4.5c: Elektrolytickým leštěním bylo dosaženo podobného výsledku jako u chemického leptání. Kvůli přítomnosti karbidu hliníku Al_4C_3 musela být zkrácena doba procesu leštění, stopy po předchozím mechanickém broušení proto nebyly zcela odstraněny.

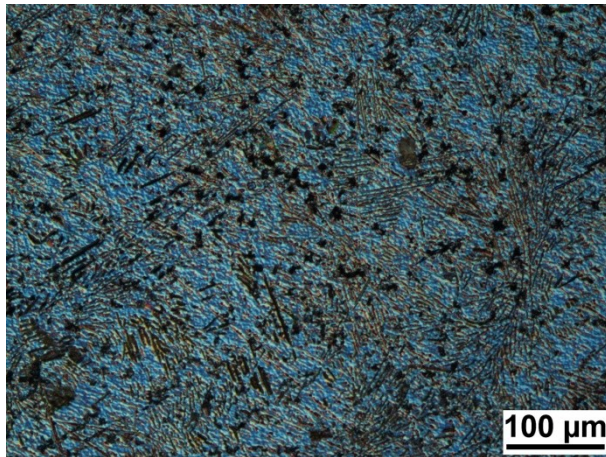
3.4.6 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C1/TZ



Obr. 4.6a. Struktura slitiny FA-C1/TZ, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.6b. Struktura slitiny FA-C1/TZ, chemické leptání, 200x, DIC



Obr. 4.6c. Struktura slitiny FA-C1/TZ, elektrolytické leštění, 200x, DIC

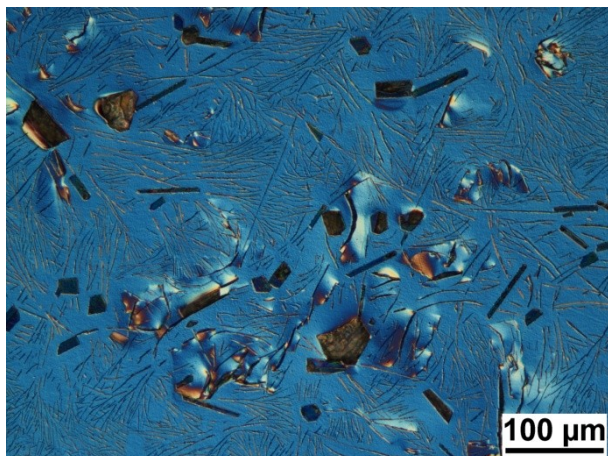
Obr. 4.6a: Mechanickým broušením a leštěním se podařilo v ojedinělých oblastech vytvořit reliéf zviditelňující zrna materiálu. Rozložení fází v materiálu je oproti stavu před tepelným zpracováním trochu méně patrné.

Obr. 4.6b: Chemickým leptáním došlo k výraznějšímu rozlišení zrn pouze v těch případech, kde byla jejich vzájemná krystalografická orientace výrazněji odlišná. Rozložení fází není příliš patrné.

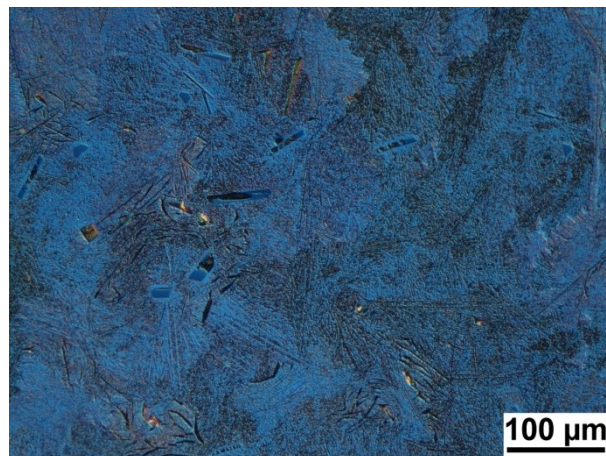
Obr. 4.6c: Elektrolytickým leštěním došlo, stejně jako v předcházejícím případě, k přednostnímu „napadení“ oblastí se zvýšenou koncentrací karbidu hliníku Al_4C_3 a jeho

poměrně dobrému zvýraznění. Zvýraznění zrn materiálu ani jejich hranic nebylo vůbec dosaženo.

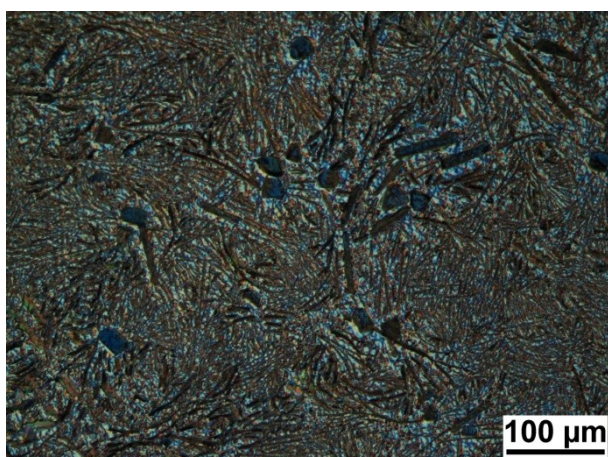
3.4.7 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C2



Obr. 4.7a. Struktura slitiny FA-C2, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.7b. Struktura slitiny FA-C2, chemické leptání, 200x, DIC



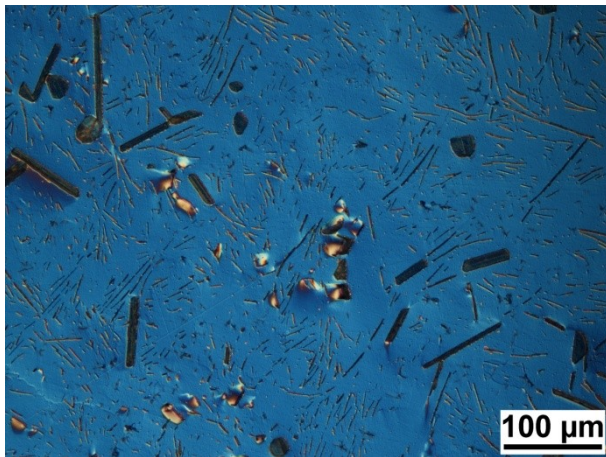
Obr. 4.7c. Struktura slitiny FA-C2, elektrolytické leštění, 200x, DIC

Obr. 4.7a: Mechanickým broušením a leštěním bylo dosaženo hladkého povrchu s velmi dobrým zviditelněním jednotlivých fází materiálu. Velmi dobře lze pozorovat tvar karbidických útvarů. Hranice zrn nejsou vůbec patrné.

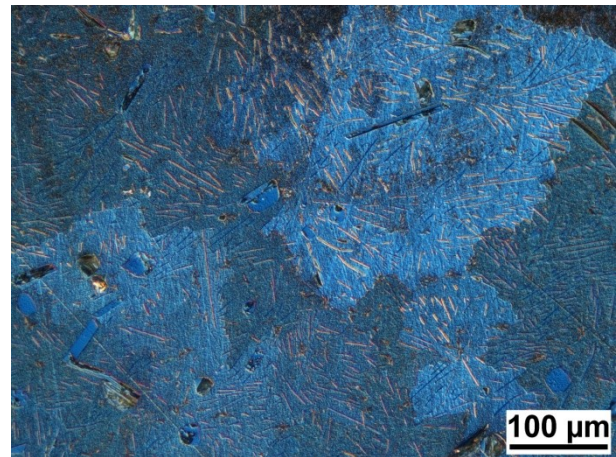
Obr. 4.7b: Chemickým leptáním došlo k plošnému naleptání bez výrazného rozdílu. Jemně patrné je přednostní naleptání oblastí se zvýšenou koncentrací karbidu hliníku Al_4C_3 . Tvar zrn není patrný. Rozložení fází je špatně viditelné.

Obr. 4.7c: Elektrolytickým leštěním došlo k přepleptání oblastí se zvýšenou koncentrací karbidu Al_4C_3 . Tvary větších karbidických útvarů zůstávají oproti chemickému leptání lépe viditelné. Zrna materiálu ani jejich hranice nejsou vůbec patrné.

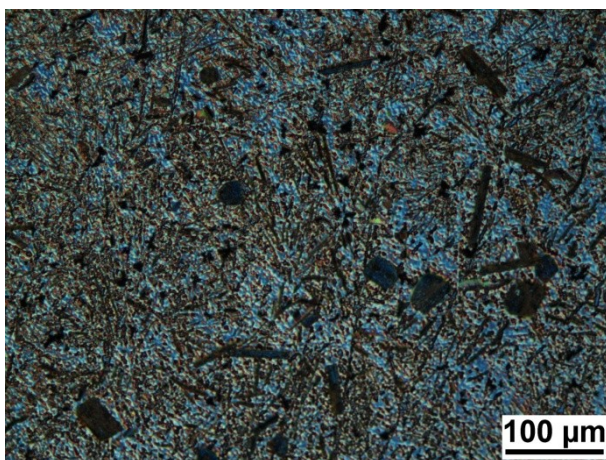
3.4.8 Výsledný vzhled struktury materiálu FA-C2/TZ



Obr. 4.8a. Struktura slitiny FA-C2/TZ, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.8b. Struktura slitiny FA-C2/TZ, chemické leptání, 200x, DIC



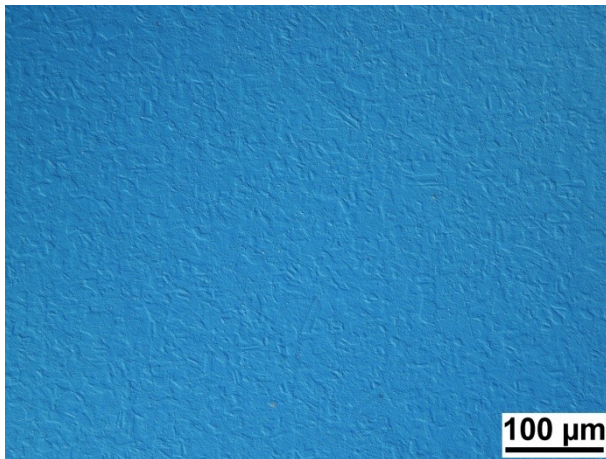
Obr. 4.8c. Struktura slitiny FA-C2/TZ, elektrolytické leštění, 200x, DIC

Obr. 4.8a: Mechanickým broušením a leštěním bylo opět dosaženo hladkého povrchu s velmi dobrým zviditelněním jednotlivých fází. Tvar karbidických útvarů je velmi dobře patrný. Hranice zrn nejsou vůbec viditelné.

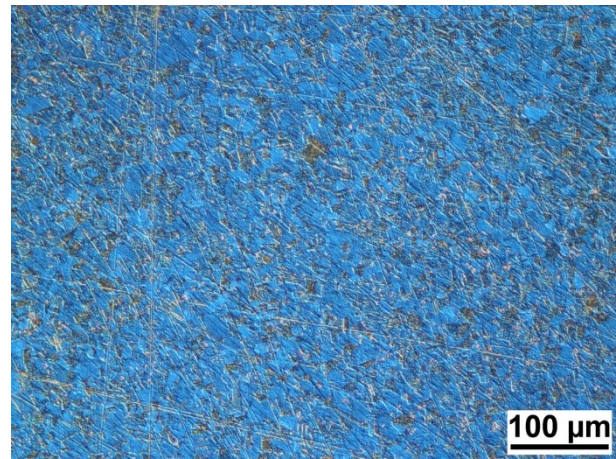
Obr. 4.8b: Chemickým leptáním došlo ke zviditelnění zrn se vzájemně rozdílnou krystalografickou orientací. Zvýrazněny byly stopy po předchozím mechanickém broušení a leštění. Rozložení fází je méně viditelné.

Obr. 4.8c: Elektrolytickým leštěním došlo opět k pře leptání oblastí se zvýšenou koncentrací karbidu Al_4C_3 . Tvary větších karbidických útvarů zůstávají oproti chemickému leptání lépe viditelné. Zrna materiálu ani jejich hranice nejsou vůbec patrné.

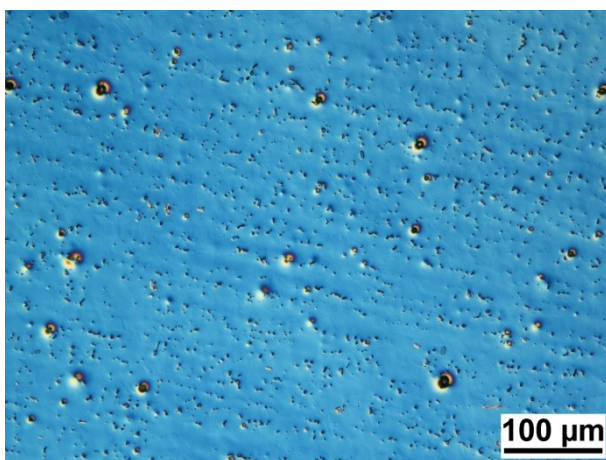
3.4.9 Výsledný vzhled struktury oceli 1.4845



Obr. 4.9a. Struktura oceli 1.4845, mechanické broušení a leštění, 200x, DIC



Obr. 4.9b. Struktura oceli 1.4845, chemické leptání, 200x, DIC



Obr. 4.9c. Struktura oceli 1.4845, elektrolytické leštění a leptání, 200x, DIC

Obr. 4.9a: Po mechanickém broušení a leštění jsou velmi dobře zviditelněna zrna materiálu.

Obr. 4.9b: Chemickým leptáním došlo k výraznějšímu zviditelnění zrn a především ke zviditelnění jejich vzájemné krystalografické orientace. Zvýrazněny však byly i stopy po předchozím mechanickém broušení a leštění.

Obr. 4.9c: Elektrolytickým leštěním nedošlo vůbec ke zviditelnění zrn materiálu, výrazně však byly odhaleny částice a vměstky. Na obrázku je odhalena tzv. řádkovitost, způsobená předchozím tvářením oceli.

4 Diskuze

U každého materiálu lze vyhodnocením a vzájemným porovnáním snímků jeho **výsledné struktury** získané

- a) mechanickým broušením a leštěním,
- b) chemickým leptáním,
- c) elektrolytickým leštěním,

vyvodit následující závěry:

Pro materiály **FA-Ti, FA-Ti/TZ, FA-Zr, FA-Zr/TZ** a ocel **1.4845** se za uvedeným účelem jeví nejvhodnější následující způsob přípravy:

- zviditelnění zrn a jejich hranic: **mechanické broušení a leštění**
(ve finálním kroku oxidickou suspenzí)
- zviditelnění zrn a jejich orientace: **chemické leptání**
- zviditelnění částic v materiálu
(a jejich tvaru): **elektrolytické leštění**
- zobrazení celkového fázového
uspořádání materiálu: **elektrolytické leštění**

Pro materiály **FA-C1, FA-C1/TZ, FA-C2, FA-C2/TZ** se za uvedeným účelem jeví nejvhodnější následující způsob přípravy:

- zviditelnění zrn a jejich hranic: **chemické leptání** (pouze u materiálů s TZ)
jinak nedosaženo žádným uvedeným způsobem
přípravy
- zviditelnění zrn a jejich orientace: **chemické leptání** (pouze u materiálů s TZ)
jinak nedosaženo žádným uvedeným způsobem
přípravy
- zviditelnění částic v materiálu
(a jejich tvaru): **mechanické broušení a leštění**
(ve finálním kroku oxidickou suspenzí)

- zobrazení celkového fázového uspořádání materiálu:

mechanické broušení a leštění

(ve finálním kroku oxidickou suspenzí)

Elektrolytickým leštěním je získáván dokonale hladký povrch bez jakýchkoli rýh. K dokonalému vyhlazení povrchu je však třeba dostatečně dlouhého trvání procesu. Při vhodně zvolených hodnotách ostatních parametrů elektrolytického leštění by doba procesu měla ovlivňovat právě pouze množství rozpuštěného materiálu, tedy odstranění stop po předchozí přípravě.

Obsahuje-li materiál fázi, jejíž fázové rozhraní je méně stabilní či reaguje s elektrolytem i při minimálních parametrech elektrolytického leštění, je toto rozhraní přednostně napadáno. V důsledku toho dochází k jeho přeleptání či přeleptání celých oblastí se zvýšenou koncentrací dané fáze. I toho by však mohlo být využito např. u obrazové analýzy, kdy jsou oblasti se zvýšenou koncentrací této fáze vlivem přeleptání výrazněji odlišeny. Takováto struktura se pak v obrazové analýze lépe prahuje. Tento případ lze pozorovat u slitin FA-C1 a FA-C2 (obr. 4.5b, 4.6b, 4.7b, 4.8b), kde je takto napadáno rozhraní „lupínků“ karbidu hliníku Al_4C_3 a okolní matrice.

Elektrolytické leštění se ukázalo zvláště vhodné k odhalování částic v základním materiálu a jejich tvaru. Nachází-li se např. v základním materiálu jemnější částice trámkovitého tvaru, pak ty částice, které jsou v základním materiálu orientovány rovnoběžně s plochou výbrusu, se během mechanického broušení a leštění ze základního materiálu vydrolují. Elektrolytickým leštěním zůstanou v základním materiálu zachovány. To lze pozorovat na obrázcích 4.1a,c, 4.2a,c, 4.3a,c, 4.4a,c, tedy u materiálů s částicemi precipitátů. Může se jednat i o velmi jemné částice, příp. i síťové, vzniklé po tepelném zpracování následkem rozpouštění těchto částic (obr. 4.4c).

Nutností je získání (příp. optimalizování) vhodných hodnot parametrů elektrolytického leštění pro každý nový materiál. To vyžaduje provedení experimentů. Počet těchto experimentů se však může v závislosti na materiálu významně lišit: pro některý materiál stačí volba parametrů pomocí vygenerované křivky proudové hustoty, u jiných se jedná o celou řadu kombinací jejich hodnot.

Podaří-li se však vhodné parametry elektrolytického leštění získat, jedná se o velmi produktivní a rychlý způsob přípravy metalografických vzorků. Příprava vzorků pomocí

elektrolytického leštění je oproti běžnému způsobu (mechanickému broušení a leštění) mnohem méně časově i ekonomicky náročná. Vzorok se nezálevají do preparační hmoty. Příprava vzorku před elektrolytickým leštěním spočívá pouze ve dvou až třech krocích ručního broušení na SiC papíře. Doba elektrolytického leštění se pohybuje v rozsahu jedné minuty.

5 Závěr

- Elektrolytickým leštěním došlo u materiálů obsahujících (i velmi jemné) precipitované částice ke zviditelnění tvaru a rozložení těchto částic v základním materiálu. (Materiály FA-Ti a FA-Zr.)
- U materiálů obsahujících fázi s méně stabilním fázovým rozhraním dochází k přednostnímu naleptání a přešleptání tohoto rozhraní. (Materiály FA-C1 a FA-C2.)
- U všech zkoumaných materiálů poskytuje elektrolytické leštění dostatečné informace o rozložení fází v materiálu.
- U žádného ze zkoumaných materiálů nebylo elektrolytickým leštěním dosaženo zviditelnění zrn ani jejich hranic. V dalším výzkumu je tedy možné navázat hledáním vhodného elektrolytu a optimálních hodnot parametrů elektrolytického leštění pro konkrétní materiál.

6 Citovaná literatura

[1] **Kratochvíl, P. a M. Karlík.** Intermetalické sloučeniny, fyzikální vlastnosti a použití. *Výzkumná zpráva*. Praha : Karlova univerzita - MFF, 1989.

[2] **Novotná, Z.** Vliv příměsí a tepelného zpracování na strukturu a vlastnosti litého intermetalika Fe - 40 at.% Al. *Diplomová práce*. Liberec : Technická univerzita v Liberci, Katedra materiálu, 2000.

[3] **Eminger, Z.** Slitina Fe-Al Pyroferal. *Zprávy VZÚ*. Plzeň : Výzkumný a zkušební ústav Plzeň, 1957.

[4] **Palm, M.** Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe-Al-based alloys. *Intermetallics 13*. Düsseldorf : Max-Planck Institut für Eisenforschung GmbH, 2005. str. 1287.

[5] **Ikeda, O., a další.** Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe–Al system. *Intermetallics 9*. Sendai : Tohoku University, Graduate School of Engineering, Department of Materials Science, 2001. str. 756.

[6] **Kratochvíl, P.** The history of the search and use of heat resistant Pyroferal alloys based on FeAl. *Intermetallics 16*. Prague : Charles University, Department of Physics of Materials, 2008. stránky 587-591.

[7] **Kejzlar, P.** Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází v aluminidech železa typu Pyroferalu Fe 42-45Al xC 0,7Si at. %. *Diplomová práce*. Liberec : Technická univerzita v Liberci, Katedra materiálu, 2009.

[8] **Kratochvíl, P., Dobeš, F. a V. Vodičková.** The effect of silicon on the structure of Fe-40 at.% Al type alloys with high contents of carbon (1.9–3.8 at.%). *Intermetallics 17*. 2009. stránky 39-45.

[9] **Itoi, T., a další.** Fabrication and wear properties of Fe₃Al-based composites. *Intermetallics 18*. 2010. stránky 2169-2177.

[10] **Hanus, P. a V. Vodičková.** Vliv tepelného zpracování a deformace na fázové složení slitin na bázi Fe₃Al. [autor knihy] Š. Michna, S. Kuśmierczak a M. Bajcura. *Metalografie - metody a postupy*. Prešov : Adin spol. s r. o., 2010, kapitola 7.

[11] **Kratochvíl, P., a další.** Microstructure and high temperature mechanical properties of Zr-alloyed Fe₃Al-type aluminides: The effect of carbon. *Materials Science and Engineering A* 548. 2012. stránky 175-182.

[12] **Píšek, F.** *Nauka o materiálu II.* Praha : Nakladatelství Československé akademie věd, 1959. Sv. 2.

[13] **Jandoš, F., Říman, R. a A. Gemperle.** *Využití moderních laboratorních metod v metalografii.* Praha : Nakladatelství technické literatury, n. p., 1985.

[14] **Pan, J. Z. a B. D. Zhu.** Mesoscopic details of crack tip deformation field by application of differential interference contrast method. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 41. Shanghai : East China University of Science and Technology, Research Institute of Process Equipment and Pressure Vessels, 2004. stránky 147-162.

[15] **Ministr, Z.** *Praktická metalografická mikroskopie.* Praha : Státní nakladatelství technické literatury, n. p., 1956.

[16] **Vander Voort, G., F.** The Science Behind Materials Preparation. *Sum-Met.* Lake Bluff : Buehler Ltd., 2007. ISBN 0-9752898-0-2.

[17] **Jonšta, P., Hrubý, V. a A. Silbernagel.** *Praktické metalografie.* Ostrava : Kovosil, 2008. ISBN 978-80-903694-3-6.

[18] **Šebestová, H.** Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii. *Portál moderní fyziky.* [Online] [Citace: 17. březen 2015.] Studijní text k předmětům SLO/ZNM2 a SLO/BTM2. <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/znm2-1.pdf>.

[19] **Weidmann, E.; Guesnier, A. a B. Taylor.** Metallographic preparation of stainless steel. *Application notes.* Ballerup : Struers, 2005.

[20] **Lee, S.-J. a J.-J. Lai.** The effects of electropolishing (EP) process parameters on corrosion resistance of 316L stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology* 140. Chung-Li : Yuan Ze University, Department of Mechanical Engineering, 2003. stránky 206–210.

[21] LectroPol-5. *Propagační leták.* Ballerup : Struers, 2012.

[22] Referenční příručka. *LectroPol-5 Návod k obsluze.* Ballerup : Struers, 2003.