



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

ANODICKÁ OXIDACE HLINÍKU A JEHO SLITIN

ANODIZING OF ALUMINIUM AND ITS ALLOYS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

MICHAELA REMEŠOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. LADISLAV ČELKO, Ph.D.

BRNO 2013

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství
Akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

student(ka): Michaela Remešová

který/která studuje v **bakalářském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911R011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Anodická oxidace hliníku a jeho slitin

v anglickém jazyce:

Anodizing of Aluminium and Its Alloys

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Vypracování souhrnné literární rešerše o současném stavu poznání a nových směrech ve výzkumu a vývoji anodické oxidace hliníku a jeho slitin, doplněné o možné modifikace této technologie za účelem vhodné změny výsledných užitečných vlastností povrchu těchto slitin.

Cíle bakalářské práce:

Hlavním cílem práce je vypracování přehledné literární rešerše na dané téma a seznámení studenta s tvorbou vysokoškolských kvalifikačních prací na odpovídající technické úrovni, doplněné o základní nenáročný experiment z dané oblasti.

Seznam odborné literatury:

1. KAWAI, S.: Anodizing and Coloring of Aluminum Alloys, MFIS, UK 2002
2. PLANTZ, D.L.: Artists Anodizing Aluminum: The Sulfuric Acid Process
3. COTELL, C.M., SPRAGUE, J.A., SMIDT, F.A.: ASM Handbook – Vol. 5 Surface Engineering, ASM International, Ohio 1994

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Ladislav Čelko, Ph.D.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2012/2013.

V Brně, dne 31.10.2012

L.S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
Ředitel ústavu

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.
Děkan fakulty

Abstrakt

Bakalářská práce se zaměřuje na tvrdou anodickou oxidaci hliníku a jeho slitin. Jako experimentální materiály byly použity různé hliníkové materiály, vyrobené tvářením za studena a odléváním.

Práce obsahuje údaje o chemickém složení jednotlivých základních materiálů, fotografie jejich mikrostruktury, výsledky drsnosti povrchů před a po anodické oxidaci, fotografie anodizovaných vrstev, měření tvrdosti vrstev oxidu. Pro studium byly použity metody světelné mikroskopie, rastrovací elektronové mikroskopie, povrchové profilometrie a měření mikrotvrdosti.

Klíčová slova

Tvrdá anodická oxidace, hliník a jeho slitiny, anodizace, vrstva oxidu, drsnost povrchu

Abstrakt

This thesis focuses on the hard anodic oxidation of aluminum and its alloys. As an experimental materials were used various aluminum materials, produced by cold forming and casting.

The work contains information about chemical composition of the base materials, photographs of their microstructure, the results of surface roughness before and after anodic oxidation, photo anodized layer, measurements hardness oxide layers. For study were used methods light microscopy, scanning electron microscopy, surface profilometry and microhardness measurements.

Keywords

Hard anodic oxidation, aluminium and its alloys, anodization, oxide layer, surface roughness

Bibliografická citace

REMEŠOVÁ, M. *Anodická oxidace hliníku a jeho slitin*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 40 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Ladislav Čelko, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma „Anodická oxidace hliníku a jeho slitin“ vypracovala samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou uvedeny a řádně citovány v seznamu použité literatury této práce.

V Brně dne 24.5.2013

.....

Michaela Remešová

Poděkování

Na tomto místě bych ráda poděkovala především vedoucímu bakalářské práce Ing. Ladislavu Čelkovi, Ph.D. a Ing. Lence Klakurkové, Ph.D. za jejich vstřícnost, cenné rady a podněty, které mi poskytli při řešení této práce.

Děkuji rovněž Ing. Eduardu Hégrovi ze společnosti Edwards, s.r.o. a pracovníkům Ústavu materiálových věd a inženýrství za jejich připomínky a rady, které mi pomohli při vypracování této práce.

V neposlední řadě bych chtěla poděkovat své rodině a přátelům za dosavadní podporu během studia.

Obsah

1. Úvod	3
2. Cíle práce	4
3. Anodická oxidace hliníku a jeho slitin	5
3.1 Využívané metody anodické oxidace hliníku a jeho slitin	6
3.1.1 Metoda kyseliny sírové H ₂ SO ₄ - stejnosměrný proud	6
3.1.2 Metoda kyseliny chromové	7
3.1.3 Tvrdá anodická oxidace	7
3.2 Základní princip procesu	9
3.2.1 Základní chemický proces anodizace pro GS metodu	10
3.3 Fyzikální teorie tvorby anodizované oxidické vrstvy	12
3.3.1 Obecné vlastnosti a parametry oxidické vrstvy	12
3.4 Vliv chemického složení základního materiálu	16
3.5 Technologie anodické oxidace hliníku a jeho slitin	17
3.5.1 Předúpravy	17
3.5.1.1 Mechanické předúpravy	17
3.5.1.2 Chemické předúpravy	17
3.5.2 Anodická oxidace	19
3.5.3 Dokončovací úpravy	19
3.6 Vady ve vrstvě vytvářené anodickou oxidací	22
3.6.1 Nevhodná volba základního materiálu	22
3.6.2 Technologické vady	22
3.7 Metody materiálového hodnocení anodizovaných oxidických vrstev	24
3.7.1 Zkouška tvrdosti podle Vickerse a Knoopu	24
3.7.2 Profilová analýza	24
3.7.2.1 Dotyková metoda	25
3.7.2.2 Bezdotyková metoda	25
3.7.2.3 Základní parametry drsnosti	26
3.7.3 Měření tloušťky vrstvy	26
3.7.3.2 Metody nedestruktivní	26
3.7.3.2.1 Metoda vířivých proudů	26
3.7.3.1 Destruktivní metody	27
4. Metodická část experimentální práce	28
4.1 Experimentální materiál	28
4.2 Použitá experimentální technika	29
4.3 Výsledky a diskuze experimentální práce	30
4.3.1 Mikrostruktura výchozího stavu základního materiálu	30
4.3.2 Kvalita povrchu po anodické oxidaci	32
4.3.3 Drsnost povrchu před a po anodické oxidaci	32
4.3.4 Tloušťka vrstvy oxidu, její souvislost a rovnoměrnost	33

4.3.5 Tvrdosti anodizovaných vrstev.....	34
5. Závěr	35
Seznam použitých zdrojů	36
Seznam použitých zkratek a symbolů	39
Seznam příloh	40

1. Úvod

Hliník a jeho slitiny jsou poměrně mladým kovem. Teprve v roce 1886 se nezávisle na sobě podařilo francouzskému metalurgovi Paulu Louisovi Héroultovi a Američanu Charlesi Martinovi Hallovi vynalézt způsob průmyslové výroby hliníku s využitím elektrolýzy. Tento způsob je dodnes využíván pro výrobu hliníku o komerční čistotě [1]. V současnosti je hliník v konstrukční praxi nejpoužívanějším neželezným kovem. Rovněž lze konstatovat, že v současnosti neexistuje oblast průmyslu či každodenního života, kde bychom se nesečkali s výrobky hliníku a jeho slitin [2]. Jeho výhodné vlastnosti; resp. výhodné vlastnosti jeho slitin (nízká hmotnost, dobrá tepelná a elektrická vodivost, korozní odolnost, možnost dobrého tváření za tepla i studena), tak i vlastnosti negativní (např. nízká pevnost a otěruvzdornost) lze dále zlepšovat (např. tepelným zpracováním, legováním, povrchovými úpravami) [3].

Mezi technologie povrchové úpravy hliníku a jeho slitin používané ke zlepšení korozní odolnosti, otěruvzdornosti a dekorativního vzhledu patří práškové lakování, chromátování, anodická oxidace aj. Práškové lakování řadíme mezi jednovrstvou povrchovou úpravu, která vytváří na povrchu hliníku a jeho slitinách vrstvu práškového laku o tloušťce nejčastěji 60-100 μm . Vytvořená vrstva vykazuje dobrou odolnost proti otěru, poškrábání aj. a chrání základní materiál proti okolním atmosférickým vlivům a korozi. Současná technologie práškování umožňuje vytvořit téměř jakýkoliv odstín a druh vzhledu, od imitace hornin, kovů, aj. až po duhově perleťové nátěry. Práškuje se výrobky bílého programu (pračky, ledničky, sporáky, mikrovlnné trouby, aj.), domácí a zahradní nábytek, aj. [4, 5]. Chromátování hliníku a jeho slitin je povrchová úprava, která na povrchu hliníku a jeho slitinách vytváří chemickou reakcí konverzní elektricky vodivou chromátovou vrstvu. Vytvořená vrstva, o tloušťce cca 0,25 μm je nedílnou součástí povrchu hliníku a jeho slitin. Metoda se používá pro zvýšení protikorozní odolnosti, otěruvzdornosti aj. [2, 5]. Anodická oxidace neboli eloxování je povrchová úprava využívající přirozené náchylnosti hliníku, titanu, mědi, aj. k oxidaci. Anodickou oxidací hliníku a jeho slitin vytváříme vrstvy oxidu hlinitého pro dekorativní a funkční plochy o tloušťce až 150 μm [1, 6].

Ze základních technologií je anodická oxidace hliníku a jeho slitin perspektivní povrchovou úpravou současnosti, protože je ale závislá na typu materiálu a jeho čistotě, bude tato problematika řešena v rámci předložené práce. První část této práce se zabývá teoretickým popisem anodické oxidace hliníku a jeho slitin. V práci jsou popsány základní metody anodické oxidace hliníku a jeho slitin, dále je popsán základní princip procesu vzniku oxidické vrstvy, technologický proces anodické oxidace hliníku a jeho slitin, aj. První část je zakončena kapitolou s názvem „Metody materiálového hodnocení anodizovaných oxidických vrstev“. Druhá část práce, experimentální, se zaměřuje na tvrdě anodizovaný hliníkový materiál a jeho vliv na kvalitu výsledné vrstvy oxidu (tj. tloušťka, tvrdost vrstvy, drsnost anodizovaného povrchu).

2. Cíle práce

Cílem práce je zpracování literární rešerše na téma - Anodická oxidace hliníku a jeho slitin. Práce se zaměřuje na nejpoužívanější metody anodické oxidace hliníku a jeho slitin, základní princip anodické oxidace, vliv chemického složení základního materiálu, technologii anodické oxidace hliníku a jeho slitin. Zvýšená pozornost je věnována hlavně procesům, ve kterých je využita kyselina sírová.

Součástí experimentální části práce je analýza pěti vzorků různých hliníkových materiálů, které byly tvrdě anodicky oxidovány, vyhodnocení drsnosti povrchu před a po anodické oxidaci, vliv čistoty materiálu na výslednou tvrdost, rovnoměrnost a tloušťku vytvořené vrstvy oxidu, diskuze dosažených výsledků a na jejím základě vyvozené závěry.

3. Anodická oxidace hliníku a jeho slitin

Anodická oxidace je proces povrchové úpravy hliníku a jeho slitin využívající jeho přirozené náchylnosti k oxidaci. Samotný čistý hliník (Al) je na vzduchu vysoce reaktivní a při interakci s kyslíkem na jeho povrchu dochází k rychlému růstu konsistentní tenké pasivační vrstvy oxidu hlinitého (Al_2O_3), která slouží jako inhibitor a zabraňuje dalšímu přístupu kyslíku z atmosféry. Tloušťka této přirozené pasivační vrstvy se pohybuje kolem 15 nm, která se před procesem anodické oxidace odstraní a nahradí novou, kvalitnější a silnější vrstvou až tloušťky 150 μm na bázi Al_2O_3 . Oxidové vrstvy vytváříme z důvodu zvýšení odolnosti proti korozi, ořezuvzdornosti a možnosti barevného provedení vrstvy [2, 7].

V průmyslové praxi pak dělíme proces anodické oxidace na tři základní typy. (i) Metoda na bázi kyseliny chromové, která je určena pro součásti vyžadující vysokou odolnost proti korozi. (ii) Dekorativní anodickou oxidaci, která si klade za cíl vylepšení vzhledu povrchu základního materiálu a mírného růstu jeho korozní odolnosti. Naproti tomu (iii) tvrdá anodická oxidace hliníku a jeho slitin se provádí za účelem zajištění funkčních vlastností povrchu součástí (zvýšená korozní odolnost, tvrdost, odolnost proti otěru, aj.) [8].

3.1 Využívané metody anodické oxidace hliníku a jeho slitin

V průběhu posledních několika desítek let bylo publikováno a/nebo patentováno nezanedbatelné množství elektrolytů pro anodickou oxidaci hliníku a jeho slitin. Nadále jsou tak vyvíjeny nové příměsi umožňující zlepšení a zefektivnění celého procesu. Jedná se o přísady do odmašťovacích lázní (např. Rogal 10, Alficlean 138, aj.), anodizačních lázní (např. Rogal 5, Alfinox 510, aj.), atd. [2].

V běžné technické praxi se však uplatňuje jen několik málo dlouhodobě ověřených variant. Hlavní typy anodizačních metod jsou metoda na bázi kyseliny chromové (TYP I), kyseliny sírové (TYP II) a tvrdá anodická oxidace (TYP III). Příklady značení metod pro anodickou oxidaci jsou uvedeny v tab. 1, jejich základní parametry a použití jsou uvedeny v tab. 2. Jiné metody (např. využití kyseliny šťavelové, kyseliny fosforečné, kyseliny borité) se využívají méně často a uplatňují se pouze ve specializovaných oblastech jako např. v elektrotechnice pro výrobu elektrolytických kondenzátorů, v nanotechnologii, aj. [2, 9].

Tab. 1 Příklady značení metod pro anodickou oxidaci.

Typ elektrolytu	Označení	Typ proudu	Označení
Kyselina sírová H_2SO_4	S	Stejnoseměrný	G
Kyselina šťavelová $(COOH)_2$	X	Střídavý	W
Kombinace $(H_2SO_4+(COOH)_2)$	SX		

Tab. 2 Metody anodické oxidace hliníku.

Metoda	Tloušťka vrstvy $[\mu m]$	Barva oxidické vrstvy	Oblasti použití
Standardní metoda GS+GSX	10-25	bezbarvá	stavebnictví, domácí spotřebiče, nábytek
Standardní metoda GS+GSX - organicky barveno	5-25	barevná	stavebnictví, domácí spotřebiče, nábytek, bytová architektura
Standardní metoda GS+GSX - elektrolyticky barveno	5-25	světle bronzová až černá	stavebnictví, domácí spotřebiče, nábytek, bytová architektura
Tvrdá anodizace	20-150	bezbarvá až šedá	strojírenství, automobilový a letecký průmysl

3.1.1 Metoda kyseliny sírové H_2SO_4 - stejnosměrný proud

Nejběžnější metodou anodické oxidace je metoda na bázi kyseliny sírové, všeobecně označována jako standardní (GS) metoda. V praxi se využívá z důvodů nízké spotřeby energie, nízkého požadovaného napětí, cenově přijatelné a dostupné chemikálie a vysoké provozní spolehlivosti [2].

Nejčastěji se pracuje s lázní tvořenou roztokem $H_2O + 15-27 \text{ hm.} \% H_2SO_4$ [10].

Vrstva vytvářená GS metodou se vyznačuje vysokou odolností proti opotřebení a při vhodné tloušťce vrstvy po utěsnění, kterému je věnována pozornost v kapitole 3.5.3, je také odolná proti atmosférickým vlivům. Metoda stejnosměrného proudu se často používá pro úpravu povrchu hliníku a jeho slitin v oblasti architektury a sportovního odvětví [2].

Mezi metody kyseliny sírové řadíme také tzv. dekorativní nebo i dekorativně - ochrannou anodickou oxidaci, která nachází uplatnění především pro barevné úpravy povrchu v širokém

rozsahu barev (od fialové po černou). V technické praxi své rozsáhlé uplatnění však nenachází, jelikož vytvořená vrstva má nižší korozní odolnost a otěruvzdornost v porovnání s jinými typy anodické oxidace. V tab. 3 [9] jsou uvedeny standardní metody kyseliny sírové a jejich parametry anodizace [11, 12].

Přidáním kyseliny šťavelové do roztoku kyseliny sírové (metoda GSX) dochází k tvorbě tvrdší a méně porézní oxidické vrstvy [2].

Tab. 3 Standardní metody v elektrolytu kyseliny sírové - stejnosměrný proud.

Název lázně	Elektrolyt	Teplota [°C]	Napětí [V]	Proudová hustota [A/dm ²]	Doba expozice [min]	Tloušťka vrstvy [μm]	Vlastní barva vrstvy
Oxydal	20 hm.% H ₂ SO ₄	18	12-16	1-2	30	15-20	žádná
Anodal and anoxal	20 hm.% H ₂ SO ₄	18	12-16	1-2	50	20-25	žádná

3.1.2 Metoda kyseliny chromové

Metoda kyseliny chromové se nejčastěji využívá v leteckém průmyslu. Vytvářená vrstva je sice tenká, ale vykazuje vynikající antikorozi vlastnosti a přilnavost před následným lakováním. V lázni se mohou anodizovat nýtované, svařované i porézní součásti, protože zbytky elektrolytické lázně na povrchu popř. v porézním místě anodizované součásti neprodukuje na rozdíl od výše uvedené metody korozní produkty. Nejčastěji používanou metodou kyseliny chromové v leteckém průmyslu je metoda „Bengough - Stuart“, viz tab. 4 [2, 9].

Tab. 4 Pracovní parametry anodické oxidace - metoda „Bengough - Stuart“.

Název lázně	Elektrolyt	Teplota [°C]	Napětí [V]	Proudová hustota [A/dm ²]	Doba expozice [min]	Tloušťka vrstvy [μm]	Vlastní barva vrstvy
Bengough - Stuart	3 hm.% H ₂ CrO ₄	40	až 50	0,3	30	5	žádná až tmavě hnědá

3.1.3 Tvrdá anodická oxidace

V technické praxi uplatnění nachází tzv. tvrdá anodizace. Z důvodu zvýšení funkčních vlastností v tomto případě anodizace jsou upřednostňovány funkční požadavky oproti běžnější anodizaci dekorativní. Po chemické stránce probíhá stejně jako anodická oxidace dekorativní, pouze využívá velmi nízkých teplot lázně elektrolytu (až -26 °C). Nejčastěji je používána lázeň s kyselinou sírovou o koncentraci 10-25 hm.%, s nebo bez přísad, a stejnosměrný proud metoda GS. Tvrdou anodizací vzniká méně porézní vrstva o tloušťce 20 až 150 μm a vysoké tvrdosti 350 až 400 HV, v některých případech i 500 až 800 HV [2, 9, 6, 13].

Během procesu tvrdé anodizace je tendence vzniku vyšší povrchové drsnosti, a proto je u této technologie velmi důležitá vysoce precizní příprava povrchu, aby byl ve výchozím stavu před anodizací co nejhladší. Při tvrdé anodizaci se drsnost povrchu oproti výchozímu stavu zvyšuje asi o 0,25 až 0,5 μm u hliníkových slitin tvářených, o 1,25 až 2,5 μm u hliníkových slitin slévarenských. Pokud je požadována velmi malá nízká povrchová drsnost po anodizaci, lze po ukončení tohoto procesu zařadit ještě honování. Tvrdé oxidické vrstvy mají také dobré izolační vlastnosti, čehož se využívá např. i v elektrotechnice [6].

Pro tvrdou anodickou oxidaci však není vhodné používat slitiny s obsahem Cu ≥ 3 hm.% a Si ≥ 7,5 hm.% [14].

U slitin hliníku lze však konstatovat, že se vzrůstající tloušťkou tvrdě anodizované vrstvy dochází k poklesu pevnosti v tahu. Porezita je však výrazně nižší, pohybuje se okolo 12% oproti 25%, které lze pozorovat při anodizaci dekorativní. Z toho rovněž vyplývá, že u tvrdě anodizovaného materiálu dochází k zachování nebo mírnému nárůstu meze únavy materiálu v součásti. Následným utěsněním (ne vždy vyžadováno) v dichromanu draselném nebo vroucí deionizované vodě dochází k poklesu porezity, poklesu tvrdosti, ale také ke snížení meze únavy cyklicky namáhaných součástí. Tvrdé anodizované vrstvy se na závěr neutěšňují z důvodu snížení odolnosti proti opotřebení (pokles tvrdosti) a částečně i izolačních vlastností. Místo utěsnění je tak vhodné použít například impregnaci silikonovými či suchými mazadly [6].

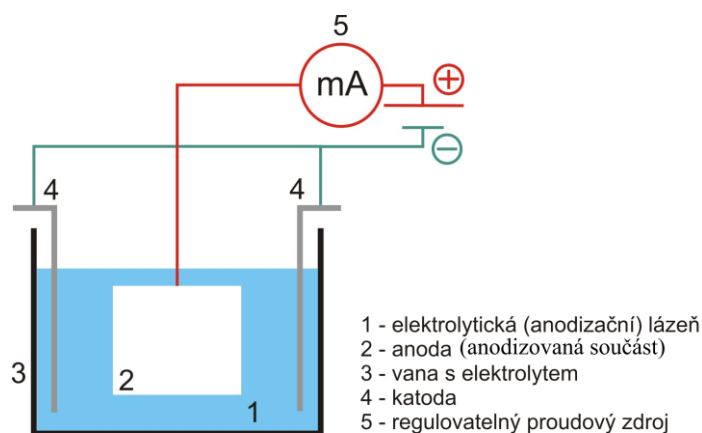
Tvrdá oxidická vrstva se dále již nebarví barevnými pigmenty. V závislosti na tloušťce povlaku během procesu tvrdé anodizace nabývá odstínu ve stupních šedé až po černou [3].

V současnosti se například do anodicky oxidovaných vrstev přidávají přísady rozličných částic teflonu (PTFE, aj.) za účelem zlepšení kluzných vlastností anodizovaných vrstev, protože po tvrdé anodické oxidaci vzniká tvrdá a křehká vrstva na relativně měkkém základním materiálu. Při velkém zatížení tak vzniká nebezpečí, že základní materiál zatížení nevydrží a plasticky se zdeformuje, čímž dochází ke vzniku nežádoucích trhlin, případně drolení vrstvy tzv. efekt vaječné skořápky [7].

3.2 Základní princip procesu

Anodická, nebo také i elektrolytická, oxidace hliníku je proces, při kterém je anodizovaná součást ponořena do elektrolytu (vhodného složení) a zapojena jako kladná elektroda (anoda) do obvodu se zdrojem střídavého nebo stejnosměrného proudu, v poslední době se využívá i proud pulsujícího, viz obr. 1. Jako katoda v tomto uzavřeném systému se používá hliník, olovo, titan nebo korozivzdorná ocel. Plocha katody a anody bývá nejčastěji v poměru 1:1,5 - 1:1,2 [2, 10].

Průchodem elektrického proudu lázni dochází na anodě k rozpouštění hliníku, za současného nárůstu hydroxidových iontů OH^- v lázni. Chemickou reakcí (interakcí) mezi ionty Al^{3+} a OH^- se vytváří na povrchu anodizovaného předmětu povlak nerozpustného hydroxidu hlinitého $\text{Al}(\text{OH})_3$. Takto vytvořená vrstva hydroxidu hlinitého postupně zabraňuje průchodu elektrického proudu a vlivem rostoucího elektrického odporu dochází ke značnému ohřevu anodizovaného hliníku a jeho slitin. Tím se vrstva dehydratuje a mění na oxid hlinitý [2].



Obr. 1 Schéma zařízení pro anodickou oxidaci.

Výsledkem procesu je vrstva tvořená Al_2O_3 , která je buď amorfni nebo v podobě $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ [15]. Rozhodujícími faktory pro výsledné vlastnosti a jakost oxidické vrstvy jsou: základní materiál a jeho čistota, proudová hustota, elektrické napětí, doba anodické oxidace, teplota lázně, homogenita chlazení a míchání lázně a také uchycení, zavěšení materiálu [16].

Při známé celkové anodizované ploše součásti je účelné pracovat v proudově řízeném režimu k dosažení stejné požadované tloušťky vrstvy. Neznáme-li však celkovou plochu povrchu anodizované součásti, pracuje se v napěťovém řízeném režimu. V tomto režimu, ale výsledná tloušťka vrstvy nemusí vždy dosahovat předpokládaných parametrů.

Pracovní teplota lázně se může měnit vzhledem k použité metodě v rozmezí $-26\text{ }^\circ\text{C}$ až $+25\text{ }^\circ\text{C}$, nezahrnuje TYP I. V celém objemu lázně však regulační systém musí být schopen udržet teplotu s přesností $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ [13].

Proudová hustota při anodické oxidaci (TYP II, TYP III) se pohybuje obvykle v rozmezí $1,2\text{-}8\text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$. Velikost napětí je obvykle v rozmezí $14\text{-}120\text{ V}$, závisí na typu anodizovaného základního materiálu, předpokládané výsledné tloušťce vrstvy a použitím elektrolytu. Průběh napětí při anodizačním cyklu není konstantní a je nutné ho zvyšovat. Z počátku je požadavek na růst napětí vysoký a postupně se ale zpomaluje v závislosti na tloušťce vrstvy s dobou oxidace.

Průchodem proudu v lázni dochází k jejímu ohřevu, a proto je nutné ji v průběhu anodizace míchat. To se obvykle provádí filtrovaným stlačeným vzduchem (s minimálním obsahem nečistot), nebo mechanicky pomocí míchadel. Míchání se provádí tak, aby nedocházelo k lokálnímu přehřátí lázně v těsné blízkosti anodizované součásti a rovněž abychom potlačili tvorbu a usazování plynových bublin na povrchu anodizované součásti, které by mohly bránit nebo zpomalovat tvorbu oxidické vrstvy.

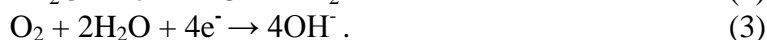
Doba anodické oxidace se volí v závislosti na požadované tloušťce vrstvy. Po určité době se růst vrstvy zpomalí natolik, tak že není vhodné dále anodizaci prodlužovat [2, 16].

3.2.1 Základní chemický proces anodizace pro GS metodu

Během procesu anodizace je na katodě redukován vodík, který odchází ve formě bublinek. Na anodě probíhají však složitější procesy oxidace hliníku. Hlavní reakcí při oxidaci hliníku je tvorba jeho (trojmocného) kationtu, dle rovnice (1) [17]:



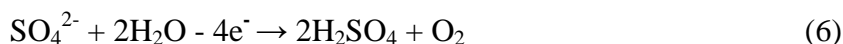
Přestože anodizace hliníku byla široce zkoumána, doposud není jasné, který z aniontů, zda O^{2-} nebo OH^- , reaguje na povrchu součásti s kationty hliníku Al^{3+} za vzniku oxidu hlinitého (Al_2O_3). Na katodě pak dochází ke vzniku hydroxidového aniontu (OH^-) podle reakce (2 a 3) [17]:



Vlivem průchodu stejnosměrného elektrického proudu lázně dochází k disociaci roztoku tvořeného H_2O a 10-27 hm.% H_2SO_4 , dle rovnice (4 a 5) [13]:

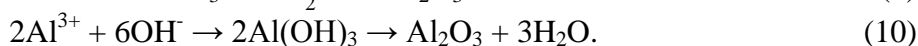


Kladné a záporné ionty jsou přitahovány anodou a katodou, kde přenechávají svůj náboj a vylučují se zpět ve formě molekul H_2SO_4 (6), H_2O (7) a bublin plynu O_2 (6, 7) a H_2 (8) [13]:

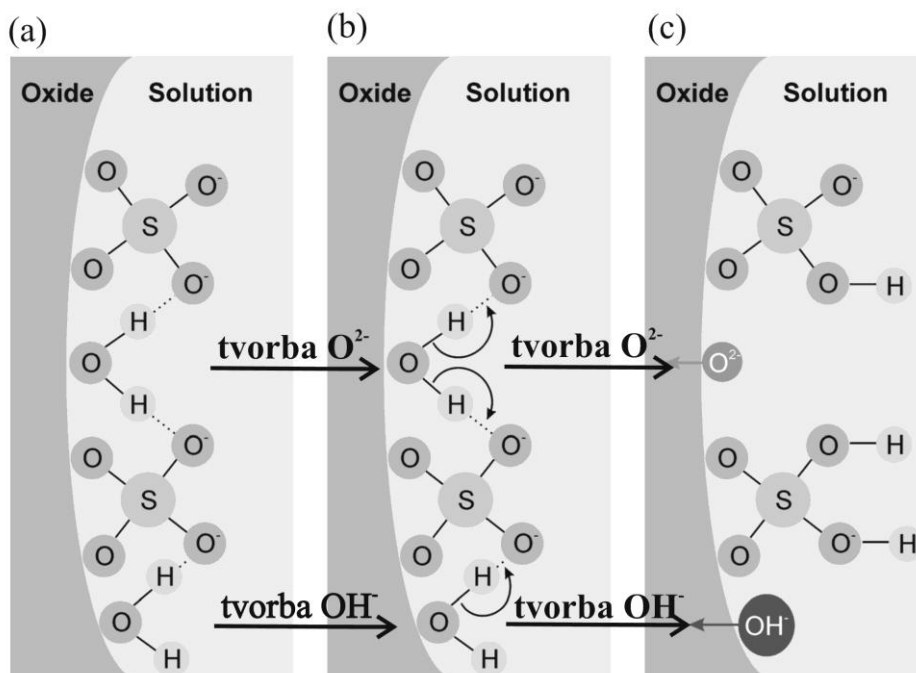


Na rozhraní oxidu s elektrolytem tak dochází ke vzniku O^{2-} ve formě plynu pomocí jednoduchého rozpadu molekuly vody nebo vzájemnou interakcí s absorbovaným aniontem (Al^{3+}) v elektrolytu. Dále zde, viz obr. 2, může také docházet ke vzniku hydroxidových iontů (OH^-) [17].

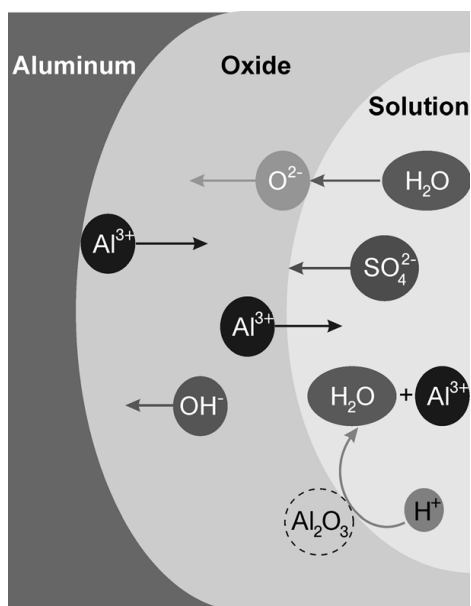
Na anodě, tj. povrchu anodizované součásti dochází k oxidaci hliníku, za vzniku oxidu hlinitého, a to buď oxidací přímou, nebo přes složitější soustavu reakcí přes hydroxidové anionty. V druhém uvedeném případě má hydroxid hlinitý vynikající elektroizolační vlastnosti, které zabraňují průchodu elektrického proudu. Při dalším průchodu elektrického proudu pak dochází k zahřátí a dehydrataci takto vytvořené vrstvy, za vzniku Al_2O_3 (9 a 10) [13]:



Pro kyselé elektrolyty (např. roztoky s kyselinami sírovou, fosforečnou nebo šřavelovou) je typická tvorba oxidu Al_2O_3 na rozhraní kov-oxid. Vznik a růst oxidické vrstvy, viz obr. 3, je dán migrací iontů obsahující kyslík (O^{2-}) a (OH^-) z elektrolytu do vrstvy již vzniklého oxidu a zároveň migrací iontů Al^{3+} směrem ze základního materiálu do elektrolytu rovněž přes takto vytvořenou vrstvu. Na základě experimentálních prací již bylo zjištěno, že pouze nepatrná část kationtů hliníku se podílí na tvorbě oxidu na rozhraní kov-oxid nebo oxid-elektrolyt. Jejich zbylá majoritní část je pak volně extrahována do elektrolytu nebo vyredukována na katodě [17].



Obr. 2 Vznik iontů O^{2-} a OH^- na rozhraní elektrolytu s vytvořeným oxidem, za vzájemné interakce molekuly vody (H_2O) s absorbovaným anionem SO_4^{2-} ;
 (a) počátek reakce, (b) průběh reakce, (c) konec reakce;
 Oxide - oxid, Solution - roztok.



Obr. 3 Schéma znázornění pohybu iontů a vzniku Al_2O_3 v roztoku kyseliny sírové;
 Aluminium - hliník, Oxide - oxid, Solution - roztok.

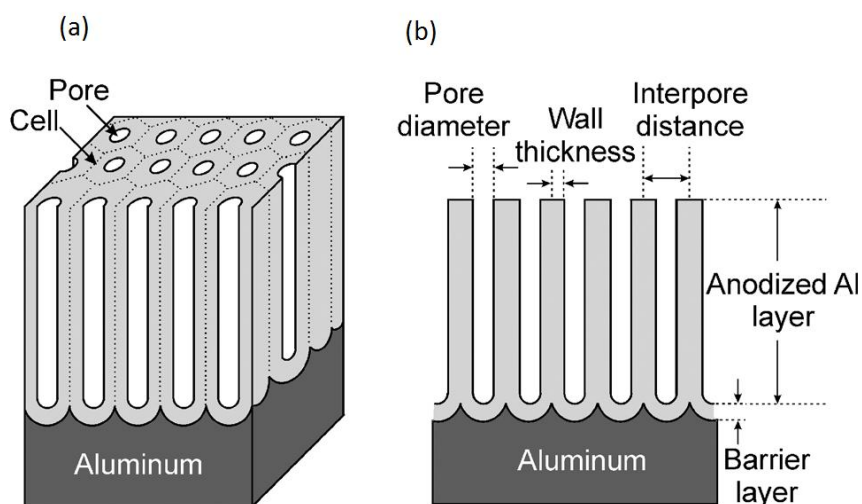
3.3 Fyzikální teorie tvorby anodizované oxidické vrstvy

Samotná oxidická vrstva vzniká v průběhu elektrochemického procesu. Vytvořená vrstva oxidu na povrchu základního materiálu se skládá ze dvou vrstev, kdy během prvních sekund anodizace dochází k tvorbě prakticky bezpórovité, dielektricky izolační tzv. mezní vrstvy, o tloušťce cca 2% celkové tloušťky vzniklé vrstvy oxidu [15], která je pevně spojena se základním materiálem. Na mezní vrstvu navazuje čirá jemně porézní krycí vrstva. Krycí vrstva vzniká na rozhraní elektrolytu a mezní vrstvy při procesu zpětného rozpouštění mezní vrstvy v elektrolytu. Mezní vrstva se zpětně obnovuje při přeměně hliníku na oxid se stejnou rychlostí, s jakou se z ní vytváří krycí vrstva. Schematicky porézní vrstva může být popsána jako pole natěsno uspořádaných hexagonálních buněk oxidu hlinitého, které obsahují v každém středu buňky jeden pór, viz obr. 4 [17]. Buňky jsou orientovány kolmo k povrchu základního materiálu (rovnoběžně se siločarami procházejícího proudu). Velikost buněk závisí na typu použitého elektrolytu a velikosti napětí [2].

Větší porezita v krycí vrstvě má pak za následek snížení korozní odolnosti, tvrdosti a otěruvzdornosti vrstvy, naopak výhodou se stává relativně snadné vybarvování oxidické vrstvy.

Růst oxidické vrstvy je závislý na chemickém složení základního materiálu, jeho předúpravě a podmínkách anodické oxidace.

Vytvořená oxidická vrstva se stává dielektrickou, a proto při dosažení určité tloušťky spojené s nárůstem elektrického odporu vrstvy dochází k zastavení jejího růstu [13, 18].



Obr. 4 Idealizovaná struktura anodizované oxidické vrstvy (a) a anodizovanou oxidickou vrstvou (b); Aluminium - hliník, Pore - pór, Cell - buňka, Pore diameter - průměr póru, Wall thickness - tloušťka stěny, Interpore distance - vzdálenost mezi póry, Barrier layer - mezní vrstva, Anodized Al layer - krycí vrstva.

3.3.1 Obecné vlastnosti a parametry oxidické vrstvy

Vzhled vrstvy

Výsledný vzhled vrstvy je závislý na typu anodické oxidace, postupu celého procesu a chemickém složení anodizovaného základního materiálu. Před vlastním procesem anodizace se do technologického postupu zařazují tzv. předúpravy povrchu, které odstraní nečistoty z povrchu materiálu a sníží tak riziko nežádoucího vzhledu [2, 19].

Přísady či legující prvky obsažené v základním materiálu, které se během procesu anodizace rozpouštějí, neovlivňují výsledný vzhled, ale mají vliv na zvýšení porezity vrstvy. Legující prvky či přísady nerozpustné (např. křemík, hořčík a mangan) ovlivňují vzhled vrstvy a zbarvují vrstvu do odstínu šedé [19].

Vady a nedostatky anodizované vrstvy

Anodická oxidická vrstva vzniká přímo na úkor základního materiálu. Při anodické oxidaci tak nejprve dochází k růstu vrstvy směrem do základního materiálu a původní povrch se mění na souvislou vrstvu oxidu. Při dalším postupném růstu však dochází k růstu vrstvy i na povrchu takto vytvořeného oxidu viz obr. 5. Základní materiál, mezní a porézní vrstva jsou pevně spojeny a mohou být odstraněny pouze mechanickým poškozením základního materiálu. V průběhu cyklického zatěžování (tah/tlak, ohyb, krut) nedochází k odlupování vytvořené anodizované vrstvy, ale v důsledku výrazného rozdílu v roztažnosti základního materiálu a vrstvy dochází přednostně ke vzniku trhlin a souvislých prasklin na povrchu anodizované vrstvy [2].

Tvrдость anodizované vrstvy

Anodickou oxidací vzniká tvrdá vrstva oxidu hlinitého, která z pohledu funkčních požadavků zvyšuje odolnost součásti vůči abrazi, či kontaktní únavě. Tvrдость anodizované vrstvy závisí na podmínkách elektrolytické oxidace a chemickém složení anodizovaného základního materiálu. Z tohoto pohledu je tvrдость především ovlivněna teplotou lázně a koncentrací elektrolytu. Se snižující se teplotou anodické oxidace a klesající koncentrací kyseliny v elektrolytu tvrдость anodické vrstvy roste. Tento jev může být ovlivněn nepatrným, nebo pouze minimálním, zpětným rozpouštěním vytvářené vrstvy zpět do elektrolytu. Při použití vyšších hodnot proudu lze v některých případech také zaznamenat nárůst tvrlosti anodické vrstvy [2, 12, 18].

Dekoratívni anodizaci pak vytváříme vrstvy běžně o mikrotvrđosti 250-350 HV. Tvrđou anodizaci naopak získáváme vrstvy o mikrotvrđosti oxidu 350 až 400 HV, v některých případech 500 až 800 HV [2, 16].

Tloušťka vrstvy

Při použití standardních metod anodické oxidace je požadovaná tloušťka vrstvy nejdůležitějším kritériem pro ochranu oxidické vrstvy proti korozi.

Tloušťku oxidické vrstvy, lze určit z empirického vztahu (11) [11]:

$$h = 0,4 \cdot \eta \cdot I \cdot t \cdot S^{-1} \quad (11)$$

h - tloušťka anodizované vrstvy [μm]

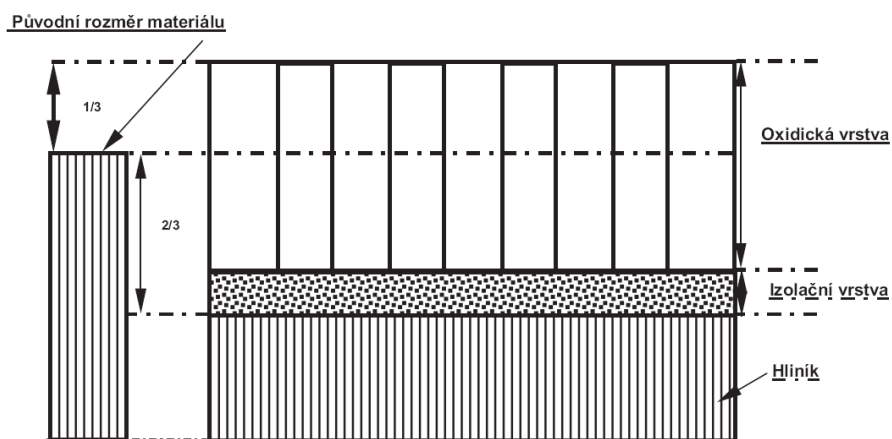
η - stupeň účinnosti lázně (0,6 až 0,7)

I - hodnota stejnosměrného proudu [A]

t - doba anodizace [min]

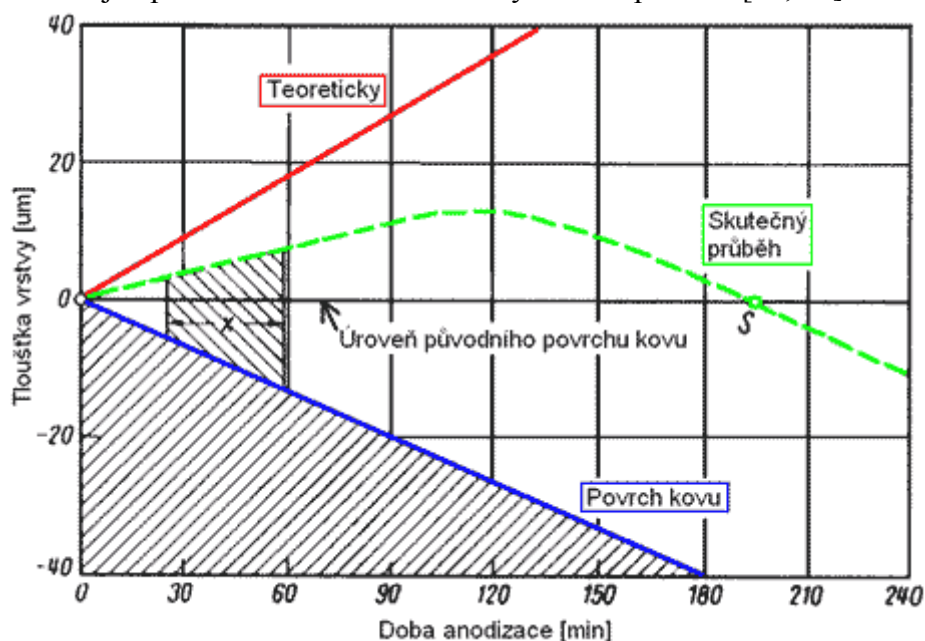
S - plocha součásti [dm^2]

Anodizovaná vrstva oxidu se vytváří přímo na povrchu základního materiálu. Vznikající oxid hlinitý má větší objem než čistý hliník, a proto vrstva Al_2O_3 roste částečně i nad původní rozměr součásti. Obecně platí, že 2/3 tloušťky vrstvy vznikají pod původním povrchem základního materiálu a 1/3 představuje nárůst nad původní rozměr, viz obr. 5, čemuž by měli věnovat pozornost konstruktéři součástí sestav [2, 14].



Obr. 5 Princip růstu anodizované vrstvy oxidu na povrchu hliníku.

Z obr. 6 je patrné, že anodická vrstva oxidu roste jak nad, tak i pod původním povrchem základního materiálu před anodizací. Z počátku anodizace tloušťka anodické vrstvy roste a přibližně po 120 minutách dochází k zastavení jejího růstu, tloušťka vrstvy pak zůstává konstantní. Pokud by měl pokračovat proces anodizace, docházelo by k úbytku základního materiálu, ale tloušťka vrstvy by se již výrazně neměnila. Při velmi dlouhé době anodizace se tak vrstva oxidu může dostat velmi hluboko pod původní úroveň povrchu základního materiálu před anodizací. V praxi se proto anodizace pohybuje v době do 60 minut, kdy vytvořená vrstva oxidu splní svými vlastnostmi požadované vlastnosti a z ekonomického hlediska se dosahuje optimálních nákladů tohoto výrobního procesu [13, 18].



Obr. 6 Nárůst tloušťky vrstvy (H_2SO_4 při proudové hustotě $1,6 A.dm^{-2}$) a probíhající přeměny substrátu v závislosti na čase.

Porozita anodizované vrstvy

Porozita udává procentuální zastoupení pórů v oxidické vrstvě (pro zjednodušení je uvažovaná vzájemná vzdálenost primárních pórů shodná s jejich průměrem) a je závislá na provozních podmínkách anodické oxidace. Průchodem střídavého proudu vznikají vrstvy poréznější než při průchodu proudu stejnosměrného. S rostoucím napětím naopak klesá porozita oxidické vrstvy [10, 18].

K takto definované primární porozitě přistupuje i porozita sekundární, která vzniká rozpouštěním části anodizované vrstvy do elektrolytu a závisí především na teplotě lázně.

K sekundární porezitě také patří tzv. porezita strukturní, která vzniká rozpouštěním některé z přísad ve slitině základního materiálu [14].

Čím je vrstva poréznější, tím se lépe a sytěji vybarvuje (málo porézní vrstvy jsou tak tmavší a tvrdší).

Specifická hmotnost anodizované vrstvy

Specifická hmotnost anodizované vrstvy je závislá na porezitě vrstvy. Mění se v závislosti na tloušťce vrstvy, jejím chemickém složení a parametrech anodizace. Při zvýšených teplotách elektrolytu a delší době anodické oxidace jsou výsledné vrstvy oxidu poréznější. Specifická hmotnost porézní vrstvy oxidu se pak pohybuje v rozmezí hodnot 2,8-3,2 g/cm³. Mezní vrstva okolo 4 g/cm³ [2, 11].

Korozní odolnost

Anodickou oxidací vzniká tenká, vysoce korozi odolná vrstva v neutrálním prostředí pH 6,5 až 8. Vytvořená vrstva oxidu chrání v rozmezí uvedeném pH součást před atmosférickými a chemickými vlivy. Korozní odolnost je také závislá na tloušťce oxidické vrstvy. Povlak o tloušťce 20 μm je spolehlivou ochranou ve venkovní okolní atmosféře, o tloušťce více než 10 μm pak také slouží jako přijatelná ochrana ve vnitřním prostředí. Tato korozní odolnost však také závisí na druhu dodatečné technologické úpravy anodizované vrstvy [3, 18].

Elektrická vodivost

Vytvořená oxidická vrstva je elektricky nevodivá a má dobré izolační vlastnosti[14]. Průrazové napětí je 20-40 V/mm² pro vrstvu oxidu o tloušťce 5-10 μm [19].

Tepelná vodivost

Tepelná vodivost vytvořené vrstvy oxidu hlinitého po anodizaci je mnohem nižší (cca 20,5-61,5 W.m⁻¹.K⁻¹ při teplotě 0-60 °C) než vlastní tepelná vodivost základního materiálu ze slitiny hliníku. Čistý hliník má tepelnou vodivost 237 W.m⁻¹.K⁻¹ při teplotě okolí 25 °C [2, 19].

Absorpční vlastnosti

Porézní vrstva vytvářená anodickou oxidací má schopnost absorbovat cizí částice jemného složení (< 0,04 μm tj. průměr póru), což umožňuje barvení oxidických vrstev organickými a anorganickými barvami. Je příznivou vlastností při dekorativní anodizaci [2, 18].

3.4 Vliv chemického složení základního materiálu

Pro dekorativní anodizaci, u které klademe nejvyšší požadavky na výsledný vzhled, je nezbytný hliník o nejvyšší čistotě (99,99 % Al). Pro vysokou kvalitu anodizace je dostačující hliník komerční čistoty s obsahem přísad do 0,5 hm. %.

Naopak veškeré slitiny hliníku nejsou pro anodickou oxidaci vhodné. Maximální koncentrace přísad (legur) pro zajištění bezproblémového procesu u slitin hliníku jsou uvedeny v tab. 5 [11].

Tab. 5 Maximální přípustná koncentrace přísad ve slitinách hliníku pro bezproblémovou anodizaci.

Legura	Mg	Zn	Ti	Cr	Si	Cu	Mn	Fe
Obsah [hm.%]	7	10	0,3	0,3	3	5	1	0,5

Vliv nejvýznamnějších přísad (legur) ve slitinách hliníku na vlastnosti vytvářené anodické vrstvy oxidu jsou uvedeny v tab. 6.

Přísadové prvky (legury) mají vliv na vznik tuhého roztoku, jakož i množství, velikost, forma a distribuce cizorodých strukturních součástí. Pokud přísadové prvky netvoří oxidy, nastává problém, vzniká porezita doprovázená často odlišným zbarvením výsledné anodizované vrstvy.

Vedle přísad (legur) má na průběh procesu a vlastnosti výsledné anodické vrstvy také velký vliv tvar výchozího polotovaru a jeho chemické složení (homogenita). Z pohledu chemického složení je důležité především, zda je příslušný prvek rozpuštěn v tuhém roztoku nebo přítomen na hranicích zrn, v jakém množství, velikosti a distribuci.

Před anodickou oxidací je vhodné provádět kvalitativní zkoušky materiálu určeného pro anodickou oxidaci, abychom zabránili neočekávanému zbarvení i jinému nežádoucímu ovlivnění výsledné oxidické vrstvy.

U odlévaných slitin hliníku nastává problém v důsledku heterogenní struktury, v jejímž důsledku dochází ke vzniku nerovnoměrné anodické vrstvy. Například vytvrzovaná slitina se hodí lépe pro anodickou oxidaci než slitina odlévaná do pískových forem. Pro dekorativní účely se pak nejčastěji používají slitiny AlMg3 a AlMg5. Slitiny hliníku o vyšší koncentraci přísad (legur) jsou vhodnější pro tvrdou anodickou oxidaci [2].

Tab. 6 Vliv přísadových prvků (legur) na vlastnosti hliníkových anodických vrstev.

Přísada (legura)	Vliv na vytváření a vlastnosti anodických vrstev
Hořčík (Mg)	<ul style="list-style-type: none"> MgO má podobný index lomu světla (1,749) jako oxid hlinitý (1,69) až do obsahu do cca 3 hm.% → čiré bezbarvé anodické vrstvy při > než 3 hm. % Mg → nestandardní zbarvení oxidické vrstvy (nelze vybarvovat) malý vliv na tvrdost vrstvy
Mangan (Mn)	<ul style="list-style-type: none"> již u podílu od 0,1 do 0,3 hm.% → nažloutlý vzhled až do 1 hm.% → šedivé, hnědé a i zčásti prošedivělé oxidické vrstvy
Křemík (Si)	<ul style="list-style-type: none"> 0,7 hm.% šedivé zbarvení, u čistého hliníku s nízkým stupněm čistoty se může objevit nestandardní zbarvení oxidické vrstvy, které nelze vybarvovat s rostoucí koncentrací křemíku nastává tmavé zbarvení intenzivnější a při obsahu vyšším než > 10 hm.% může dojít k tmavě šedivému až černému zbarvení oxidické vrstvy
Měď (Cu)	<ul style="list-style-type: none"> < 0,2 hm.% → čiré protikorozní oxidické vrstvy > 0,2 hm.% → měkké oxidické vrstvy s nízkými antikorozními vlastnostmi (šedivé/hnědé zbarvení) > 2 hm.% → poréznější vrstvy, které se nedají dobře utěsnit
Zinek (Zn)	<ul style="list-style-type: none"> < 5 hm.% nemá podstatný vliv na narušení anodické vrstvy
Železo (Fe)	<ul style="list-style-type: none"> > 0,5 hm.% → nestandardní zbarvení oxidické vrstvy (nelze vybarvovat)
Chrom (Cr)	<ul style="list-style-type: none"> > 0,1 hm.% → zažloutnutí oxidické vrstvy

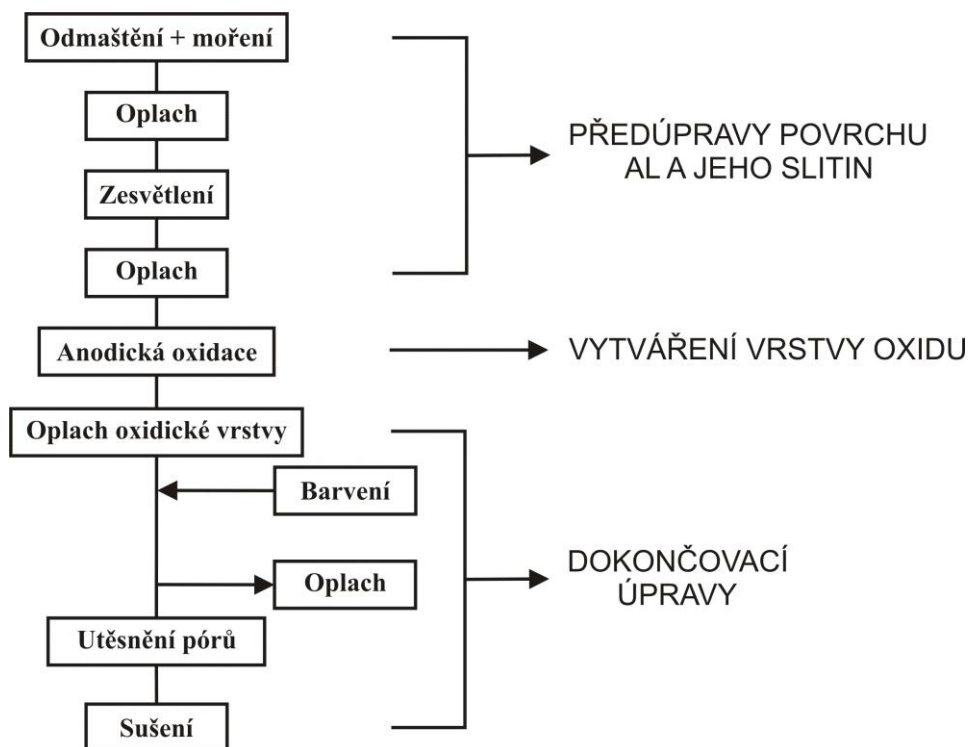
3.5 Technologie anodické oxidace hliníku a jeho slitin

Anodická oxidace hliníku a jeho slitin je několikastupňový technologický proces (obr. 7) skládající se z předúpravy jejich povrchu, vlastního procesu anodizace a dokončovacích operací. Každá operace má zásadní vliv na výslednou kvalitu a vzhled vytvářené vrstvy oxidu [2].

V praxi existuje značné množství metod, jejichž výběr je jednoznačně definován požadavky finálního produktu (vzhled, korozní odolnost, tvrdost aj.).

V následujícím textu bude věnována pozornost v současnosti nejužívanějším metodám.

Systém označování různých druhů přípravy povrchu hliníku a jeho slitin před anodickou oxidací popisuje norma ČSN EN ISO 7599 (Anodická oxidace hliníku a jeho slitin - Všeobecné specifikace pro anodické oxidové povlaky na hliníku) [20].



Obr. 7 Technologický postup anodické oxidace hliníku a jeho slitin.

3.5.1 Předúpravy

3.5.1.1 Mechanické předúpravy

Mechanickou úpravou povrchu dosahujeme požadované jakosti a kvality výsledného povrchu oxidické vrstvy. Nejčastěji se tak jedná o operace otryskání, broušení, kartáčování a leštění. V praxi se používají i kombinace např. broušení a kartáčování, broušení a leštění aj. Mechanickými úpravami lze částečně nebo zcela odstranit vady na povrchu (např. otřepy v dělicí rovině odlitků, povrchovou texturu po tváření, korozní produkty na povrchu součásti, aj.) [21].

3.5.1.2 Chemické předúpravy

Chemické resp. elektrochemické předúpravy povrchu mají především význam v odstraňování nečistot z povrchu materiálů před následnými úpravami. Radíme sem technologie odmašťování, moření, aj. [21].

V dnešní době existuje celá řada chemických přípravků, které zvyšují produktivitu tvorby a zlepšují vlastnosti anodizovaných vrstev. Tyto chemické přípravky umožňují například operace odmaštění a moření povrchu hliníku a jeho slitin provést v jednom jediném kroku.

Odmaštění

Při procesu odmaštění dochází k odstraňování všech ulpělých nečistot na povrchu (tuky, vosky, prach, kovové třísky, aj.). V průběhu odmašťování nedochází ke změně chemického složení nebo struktury základního materiálu. Cílem odmašťovacích prostředků je uvolnění nečistot z povrchu materiálu, jejich převedení do formy roztoku nebo emulze a zabránit jejich zpětnému vyloučení. Odmašťovací operace lze rozdělit následovně [21]:

- Podle druhu probíhajících procesů a použitých prostředků
 - Odmašťování v organických rozpouštědlech
 - Odmašťování ve vodných alkalických roztocích
 - Odmašťování emulzní
- Podle způsobu aplikace
 - Odmašťování ponorem
 - Odmašťování postřikem
 - Odmašťování elektrolytické
 - Odmašťování ultrazvukem

Moření

Moření je chemický proces, při kterém dochází k odstranění tenké přírodní oxidické vrstvy nebo korozních produktů na povrchu hliníku a jeho slitin pomocí kyselin a hydroxidů. Mořením dochází k odstranění původní lité a válcované struktury. Kromě nečistot se v průběhu moření rozpouští i samotný kov a dochází tak k nežádoucímu vnikání vodíku a rozpouštěných solí do povrchu součásti [2, 21].

Po moření je zapotřebí důkladný oplach, který odstraní zbytky mořící lázně z povrchu součásti a zabráni kontaminaci dalších lázní. Samotný proces moření probíhá v jednotkách sekund až minut. Doba moření je závislá na chemickém složení základního materiálu, druhu a koncentraci mořícího prostředku, pracovní teplotě, aj. [2]

Hliník a jeho slitiny lze mořit v lázních kyselých (zředěná kyselina sírová, chlorovodíková, fosforečná aj.), nejčastěji pak v lázních alkalických (10-15 hm.% hydroxid sodný) po dobu několika vteřin za tepla [21].

Zesvětlení (dezoxidace) povrchu

Pokud nedojde během moření k rozpuštění některého typu nečistot (např. povlak fosfátu) a legujících prvků v lázni (nejčastěji měď, nikl, mangan, hořčík a křemík), dochází po moření na povrchu součásti ke tvorbě tmavé lehce stíratelné vrstvy. Před anodickou oxidací je nutné tuto vrstvu zcela odstranit. Dříve používaná kyselina dusičná (HNO_3) se dnes z ekologických důvodů nahrazuje pro tyto účely lázněmi bez dusičnanů. V praxi se pro zesvětlení povrchu používá anodická lázeň s příměsí hliníku a speciálních aditiv [13, 18].

Oplach

Mezi většinu elektrochemických technologických operací se zařazuje průtočný oplach, nejlépe vícestupňový ve vodě zbavených minerálů, které by mohly ucpat póry. Oplach se používá k odstranění nežádoucích zbytků lázní po předcházející operaci, které zůstaly na povrchu nebo v dutinách součástí. Nežádoucí zbytky by pak mohly znečistit následující lázeň nebo ovlivnit tvorbu a vlastnosti vytvářené anodické oxidické vrstvy.

Po samotné anodické oxidaci se doporučuje dobu oplachu prodloužit, aby bylo dosaženo úplného odstranění využitého roztoku kyseliny z pórů. Příznivý vliv má například oplach v demineralizované vodě [18].

3.5.2 Anodická oxidace

V samotném procesu anodické oxidace, označovaném také jako eloxace, dochází ke vzniku uměle vytvářené oxidické vrstvy. Proces anodizace lze rozlišovat podle použitého typu elektrického zdroje, teploty lázně, proudové hustoty nebo druhu použitého elektrolytu. Kombinací uvedených parametrů můžeme také získat vrstvy oxidu s různorodými vlastnostmi [2].

Typ elektrického zdroje

Podle typu použitého proudu proces můžeme rozdělit na anodizaci stejnosměrným („G“), střídavým („W“) a pulsujícím proudem.

S využitím střídavého proudu vzniká méně kvalitní tenká vrstva oxidu, která je relativně houževnatá a v důsledku cyklického namáhání není tak náchylná k praskání. Tento typ anodické oxidace se používá například ve šperkařství [2].

V technické praxi je nejvyužívanější proud stejnosměrný. Průchodem stejnosměrného proudu materiálem dochází ke vzniku silné relativně tvrdé oxidické vrstvy. Která se v případě anodické oxidace Typ II snadno vybarvuje [2]. V nanotechnologii pro tvorbu nanoporézních struktur nachází uplatnění proud pulsující.

Elektrolyt

Nejčastěji používanou lázní je 10-27 hm.% roztok kyseliny sírové H_2SO_4 (označení „S“), dále pak 3-10 hm.% roztok kyseliny chromové H_2CrO_4 , 2-10 hm.% roztok kyseliny šťavelové $(COOH)_2$, a dalších [2, 9].

Použitím roztoku o menší koncentraci kyselin dochází ke vzniku tvrdších oxidických vrstev. K tomu je však zapotřebí také vyšší příkon elektrického proudu a chlazení lázně [14].

Teplota elektrolytické lázně a proudová hustota

Podle proudové hustoty a teploty rozlišujeme tři základní druhy anodické oxidace. Za vyšší pracovní teploty $40\text{ }^\circ\text{C}$ a proudové hustoty $0,3-1\text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$ vzniká vrstva označována jako Typ I. Za teplot $15-25\text{ }^\circ\text{C}$ a proudové hustoty $1,2-2,5\text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$ pak vzniká oxidická vrstva určená přednostně nebo pouze pro dekorativní použití (Typ II). Za nízkých teplot od -26 do $+15\text{ }^\circ\text{C}$ a vyšších proudových hustot $2,5-8\text{ A}\cdot\text{dm}^{-2}$ vzniká tzv. tvrdá anodická vrstva (Typ III), která má velmi dobré mechanické vlastnosti a lze ji využít jako funkční povrch [9, 13].

Pracovní parametry

Anodizovaná součást se zapojuje jako anoda. Katodou používanou pro anodickou oxidaci bývá většinou hliník, olovo, titan nebo korozivzdorná ocel. Plocha katody a anody by měla být v poměru 1:1,5 - 1:1,2. Elektrolytická lázeň s kyselinou sírovou by měla mít $\text{pH} < 4$. [2].

3.5.3 Dokončovací úpravy

Barvení

Výhodou dekorativní anodické oxidace je možnost barevné úpravy vytvořené oxidické vrstvy. Barevný vzhled získá oxidická vrstva buď přímo v průběhu vlastního procesu anodizace při tzv. integrálním barvení, nebo v rámci dokončovacích procesů, při kterých je požadované barvivo usazováno do pórů oxidické vrstvy adsorpčním, elektrolytickým barvením nebo jejich kombinací (obr. 8) a následně je v pórech procesem utěsnění uzavřeno. Během procesu barvení je důležité kontrolovat pH barvicí lázně a její teplotu. Obecně by se měla hodnota pH pohybovat v rozmezí 4-6 [2, 13].

Druhy barvení

(i) Integrální (obr. 8a)

Označuje se také jako jednostupňový proces, který může probíhat ve speciálních elektrolytech, s obsahem požadovaných legujících prvků, které po uložení v oxidické vrstvě ve formě barevného oxidu vytváří požadovanou intenzitu barvy a její odstín [2].

(ii) Elektrolytické (obr. 8b)

Stejně jako adsorpční barvení využívá porozity oxidické vrstvy. Výrobek s oxidickou vrstvou je umístěn do alkalické lázně. Do této lázně je přiveden střídavý proud, který rozkládá alkalické soli (např. cín a zinek) na ionty. Vzniklé ionty se tak v důsledku probíhajících chemických reakcí vylučují v pórech vytvořené vrstvy oxidu.

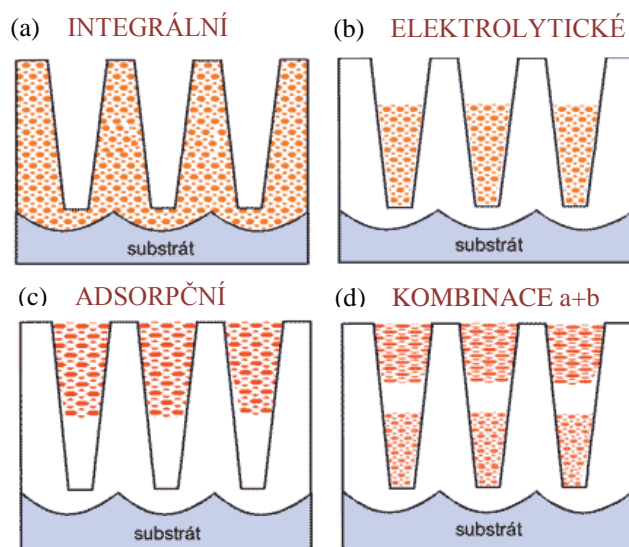
Výsledný barevný odstín je na světle stabilní, odolný vůči povětrnostním vlivům i zvýšeným teplotám [2, 13].

(iii) Adsorpční (obr. 8c)

Využívá porozity oxidické vrstvy. Uskutečňuje se bez přítomnosti proudu v roztocích anorganických nebo organických látek. V praxi se používají přednostně organické roztoky z důvodu jejich snadnější přípravy. Sytějšího odstínu barvy lze dosáhnout u anodických vrstev se zvýšenou porozitou a tloušťkou, také vyšší koncentrací barviva v roztoku a delší dobou barvení. Podstatný vliv na odstín vrstvy má rovněž teplota lázně a její pH [2, 13].

(iv) Kombinovaný způsob (obr. 8d)

Jedná se o předběžné elektrolytické barvení s následným přebarvením roztoku organických barviv [2].



Obr. 8 Schéma jednotlivých metod barvení.

Utěsnění (sealing)

Je závěrečnou operací technologického postupu. Utěsněním dochází k uzavření otevřených pórů ve vrstvě a tím k dosažení požadované korozní a mechanické odolnosti. U barevných vrstev se utěsněním také zabrání vymývání barviva a zlepší se jeho odolnost k degradaci světlem.

Obecně rozeznáváme čtyři metody využívané pro utěsnění oxidické vrstvy vytvářené anodickou oxidací [2]:

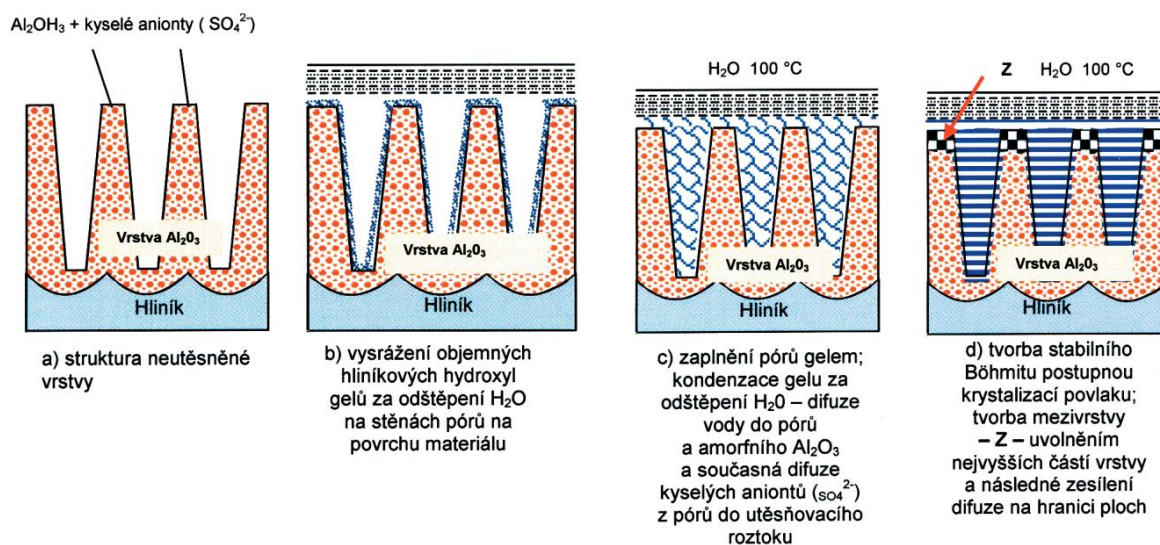
- (a) utěsnění v horké deionizované vodě při minimálně 97 °C (metoda Sealing za horka) (obr. 9) viz tab. 7,

- (b) utěsnění v roztocích kovových solí (metoda Sealing za horka s roztoky kovových solí) viz tab. 7,
- (c) sealing za nízkých teplot (pracovní teplota 82-88 °C) viz tab. 7,
- (d) utěsnění v roztocích kovových solí při teplotě od 28-32 °C (studený sealing) viz tab 7.

Tab. 7 Všeobecné parametry utěšňovací lázně.

Metoda	Teplota [°C]	Doba expozice [min/mm]	pH
Sealing za horka	≥ 97	3	5,6-6
Sealing za horka s roztoky kovových solí	> 96	3	5,6-6
Sealing za nízkých teplot	82-88	3	5,6-6
Studený sealing	28-32	0,8-1,2	5,5-6,5

Utěsnění lze provádět ponorem za tepla (viz a, b, c) nebo za studena (viz d). Při utěsnění za tepla je porézní anodizovaná vrstva oxidu uzavřena hydratací oxidu hlinitého a mění se na böhmit. Utěsněním za studena na rozdíl od utěsnění za tepla nedochází k hydrataci anodizované vrstvy, ale k vyplnění porézní vrstvy solemi niklu, hliníku aj. Výhodou utěsnění za studena je nízká energetická náročnost, nevýhodou jsou zvýšené nároky na chemikálie a nutnost odstraňování niklu z odpadních vod [10, 13].



Obr. 9 Schéma utěsnění v horké vodě při 100 °C - podle W.Hübnera.

3.6 Vady ve vrstvě vytvářené anodickou oxidací

3.6.1 Nevhodná volba základního materiálu

Jak již bylo uvedeno, pro bezproblémový proces anodizování musí mít slitina hliníku obvykle tyto maximální koncentrace přísad: Mg - 7 hm.%, Zn - 10 hm.%, Ti - 0,3 hm.%, Cr - 0,3 hm.%, Si - 3 hm.%, Cu - 5 hm.%, Mn - 1 hm.%, Fe - 0,5 hm.%. Ale i při tomto dodržení chemického složení anodizovaného materiálu se mohou vyskytovat vady, které vznikají již při samotném zpracování v hutích nebo při strojním opracování a následné mechanické úpravě povrchu. Nevhodnost materiálu pro anodizaci se projeví po operacích moření a vyjasnění [11].

3.6.2 Technologické vady

Vady vznikající v důsledku nedodržení technologických parametrů jednotlivých operací, se projeví zpravidla až po vybarvení součásti a mají za následek především vady ve výsledném vzhledu součásti. Nevhodně vytvořenou vrstvu lze snadno odstranit mořením a do jisté míry opakováním procesu ji nahradit vrstvou novou [11].

V následujících odstavcích budou bodově (krátce) popsány nejčastější možné chyby procesu anodizace.

Vady po leštění

Špatným uchycením dochází obvykle ke špatnému odvodu leštících zplodin a mohou tak vznikat nedoleštěná místa. Odstraňujeme vhodným zavěšením [11].

Přemoření povrchu

Při dlouhém setrvání materiálu v mořící lázni nebo při opakovaném moření se objevují strukturální nehomogenity materiálu. Míra poškození tak nezávisí pouze na chemickém složení povrchu materiálu, ale také i způsobu předchozího zpracování (válcování, protlačování, aj.) [11].

Skvrny na povrchu

Nejčastější příčinou je mastnota přítomná v mořící lázni nebo elektrolytu, dále pak lokální přehřívání elektrolytu u povrchu anodizovaného materiálu (blízkost katody), špatně provedená předúprava povrchu zejména nekvalitní mezioperace oplach nebo elektrický zkrat v lázni [4].

Tenká vrstva

Vznik tenké anodizované vrstvy je způsoben nejčastěji využitou nízkou hodnotou proudové hustoty, která má být volena podle skutečné velikosti plochy součásti k anodizaci a ne podle předpokládané velikosti napětí. Další příčinou tohoto jevu může být i přehřátí lázně s elektrolytem (např. při nedostatečném míchání lázně, kdy dochází již k rozpouštění vrstvy) nebo vada v závěsu součásti (neúplné očištění závěsu (lokální oblast tenké vrstvy), malá přítlačná síla kontaktu upnutí, aj.) [11].

Absence vrstvy

Místa, kde anodizovaná vrstva chybí, mohou být způsobena špatným odmaštěním, nevhodnou volbou uložení výrobku vůči katodě, mastnotou (dotykem holou rukou) po moření nebo výskytem bublin plynu v uzavřených dutinách na povrchu anodizovaného materiálu. V případech, kdy vrstva chybí vždy na spodní části výrobku je příčinou vždy nedostatečná výměna vody v oplachové vaně, kde je lokálně vyšší přítomnost kyselin u dna a dochází tak k odleptání vrstvy [11].

Vrstvu oxidu lze setřít

Příliš vysoká teplota lázně nad 20 °C má za následek zvětšení podílu pórů v anodické vrstvě, což při kontaktu může mít za následek porušování vrstvy a její stírání. Příliš vysoká teplota může být způsobena například špatným mícháním lázně [11].

Změna odstínu po barvení

Příliš vysoká teplota barvicí lázně předčasně utěsňuje póry, anodizovaná vrstva poté nedosahuje rovněž požadované sytosti. Při nedokonalém promíchávání barvicí lázně může docházet k nerovnoměrnému rozložení barevného odstínu. Pokud po barvení dojde k utěsnění v kyselé demineralizované vodě, barva výrobku reaguje s kyselým prostředím utěšňovací lázně a výrobek má tendenci mírně změnit požadovaný barevný odstín. S tímto faktem však bývá většinou dopředu počítáno [11].

3.7 Metody materiálového hodnocení anodizovaných oxidických vrstev

3.7.1 Zkouška tvrdosti podle Vickerse a Knoop

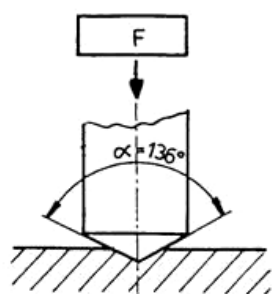
Mezinárodní norma ČSN EN ISO 4516 popisuje použití zkoušky mikrotvrdosti podle Vickerse a podle Knoop na kovové a jiné anorganické povlaky. Uvedenou metodu lze použít, jestliže je obecně zapotřebí snížit zkušební zatížení pod 10 N, např. u elektrolyticky vytvářených povlaků, žárově nanášených povlaků a anodizovaných vrstev oxidu na hliníku a jeho slitinách. Měření lze provádět dvěma způsoby kolmo k povrchu povlaku nebo na příčném řezu [22].

Měření na příčném řezu se provádí na metalografickém vyleštěném výbrusu. Princip zkoušky spočívá ve vtlačování indentoru do zkoušeného materiálu pod velmi malým zatížením, které působí v kolmém směru po stanovenou dobu (obvykle 10 s až 15 s). Po odstranění indentoru se změří pomocí mikroskopu úhlopříčky vtisku, které zůstanou v povrchu materiálu a stanoví se tak výsledná tvrdost. K tomuto účelu jsou využívány mikrotvrdoměry [23]. Uvedená norma stanovuje podmínky zatěžování (maximální zatěžující sílu, dobu zatěžování, vzájemnou polohu vtisků, aj.) viz tab. 8 [22].

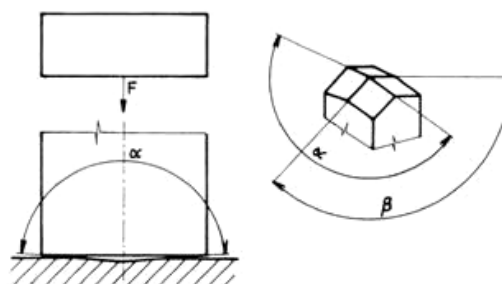
Tab. 8 Všeobecný návod pro výběr zkušebních zatížení.

Materiál	Zkušební zatížení (F)	
	N	Podmínky zkoušky
Povlaky o tvrdosti větší než 300 (HV nebo HK)	0,981	HV 0,1 nebo HK 0,1
Tvrde anodizované vrstvy oxidu na hliníku a jeho slitinách	0,49	HV 0,05 nebo HK 0,05
Materiály o tvrdosti menší než 300 (HV nebo HK), např. drahé kovy a jejich slitiny, a tenké povlaky obecně	0,245	HV 0,025 nebo HK 0,025

Při měření mikrotvrdosti podle Vickerse (obr. 10 [23]) je vnikajícím tělesem diamant ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem $(136 \pm 0,5)^\circ$. Vnikajícím tělesem podle Knoop (obr. 11 [23]) je kolmý jehlan se čtvercovou podstavou a diamantovou špičkou. Vrcholové úhly mezi protilehlými stěnami musí být $(172,5 \pm 0,3)^\circ$ a $(130 \pm 0,3)^\circ$ [22].



Obr. 10 Podstata zkoušky tvrdosti dle Vickerse



Obr. 11 Podstata zkoušky tvrdosti dle Knoop

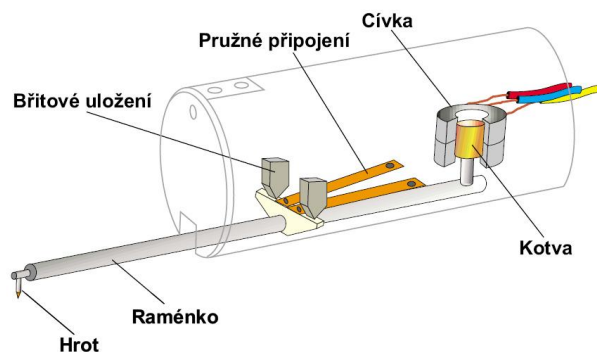
3.7.2 Profilová analýza

Při obrábění, soustružení, frézování, kartáčování, aj. nebo povrchové úpravě materiálu na jeho povrchu vznikají nerovnosti, které jsou prostorově uspořádány (3D) a jejich hodnocení je technologicky obtížné. Běžně se k jejich hodnocení používá zjednodušená metoda využívající profil nerovností vzniklý v rovině řezu (2D).

Metody měření struktury povrchu lze rozdělit podle toho, zda při měření dochází nebo nedochází ke kontaktu funkční části měřidla s měřeným objektem na metody (i) dotykové (nejpoužívanější) a (ii) bezdotykové [24, 25].

3.7.2.1 Dotyková metoda

Zahrnuje přesné a vysoce citlivé přístroje umožňující grafický záznam povrchu a jeho převod do digitální podoby. V současnosti nejpoužívanější metodou je metoda profilová. Snímačem je dotykový diamantový hrotový přístroj tzv. profilometr (obr. 12), který se skládá z mechanické a elektronické části. Mechanický signál, generovaný snímacím hrotem, který sleduje nerovnosti povrchu měřené plochy, je indukčně převáděn na elektrický signál. Elektrický signál je dále zpracováván a interpretován jako číselná hodnota zvoleného parametru struktury povrchu, případně jako grafický záznam profilu nerovností povrchu. Naměřená data vyhodnocuje buď přímo profilometr nebo jsou dále softwarově zpracována [24, 25].



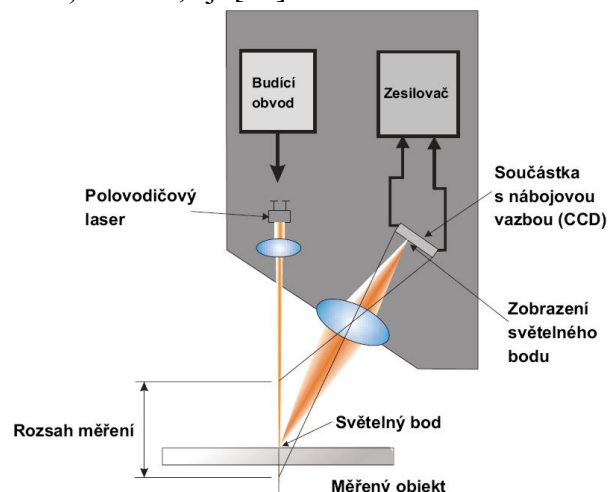
Obr. 12 Schéma dotykového hrotového přístroje.

Snímání profilu měřeného povrchu může být provedeno jako:

- snímání absolutní - měřicí základna je velmi přesná přímá nebo tvarová dráha pro snímač,
- snímání relativní - měřicí základna je dráha generovaná opěrnou (kluznou) patkou klouzající po měřeném povrchu [25].

3.7.2.2 Bezdotyková metoda

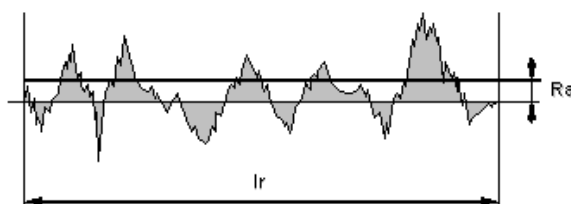
Metody pro bezkontaktní měření drsnosti povrchu nepoškozují ani nedeformují kontrolovaný povrch součásti. Jedná se o optické metody, využívající světelného paprsku, který se odráží nebo rozptyluje na zkoumaném povrchu. Příklady používaných měřicích systémů k hodnocení struktury povrchu jsou: laserový triangulační systém (obr. 13), CLA (Chromic Length Aberration) snímač, aj. [24].



Obr. 13 Schéma laserového triangulačního systému.

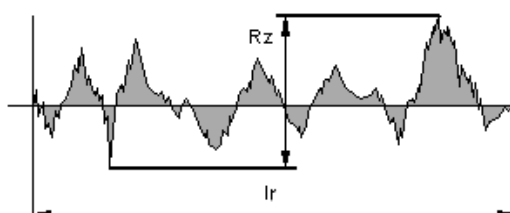
3.7.2.3 Základní parametry drsnosti

Ra (μm) - průměrná aritmetická úchylka posuzovaného profilu, je aritmetický průměr absolutních hodnot souřadnic $Z(x)$ v rozsahu základní délky (l_r) (obr. 14) [24, 25].



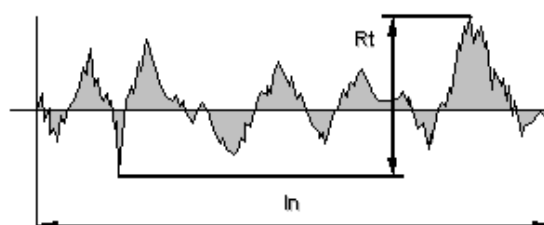
Obr. 14 Zobrazení průměrné aritmetické úchylky R_a posuzovaného profilu.

Rz (μm) - největší výška posuzovaného profilu je součet výšky nejvyššího výstupku profilu a hloubky nejnižší prohlubně profilu v rozsahu základní délky (obr. 15) [24].



Obr. 15 Zobrazení největší výšky posuzovaného profilu R_z .

Rt (μm) - celková výška profilu je součet výšky nejvyššího výstupku profilu a hloubky nejnižší prohlubně profilu v rozsahu vyhodnocované délky (obr. 16) [24, 25].



Obr. 16 Zobrazení celkové výšky profilu R_t .

3.7.3 Měření tloušťky vrstvy

Tloušťku vrstvy lze obecně měřit nedestruktivně (pomocí tloušťkoměrů) nebo destruktivně (metalografický výbrus + obrazové analýzy).

V současnosti se pro měření tloušťky vrstvy vytvořené anodickou oxidací doporučuje nedestruktivní metoda vířivých proudů [12].

3.7.3.2 Metody nedestruktivní

Nedestruktivní metody nevyžadují na rozdíl od destruktivních znehodnocení výrobku. Příklady nedestruktivních metod pro měření tloušťky vrstev jsou např. ultrazvuková metoda, metoda vířivých proudů, magnetická metoda.

3.7.3.2.1 Metoda vířivých proudů

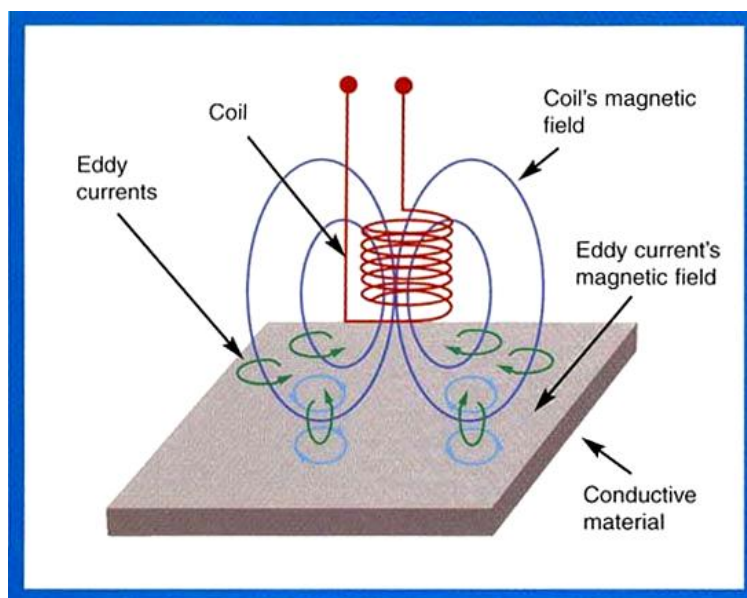
Metodou vířivých proudů (obr. 16 [26]) lze změřit tloušťku elektricky nevodivých vrstev (laky, nátěry, fólie, aj.) nanesených na elektricky vodivém, nemagnetickém kovovém podkladu (např. hliník, měď, zinek). Přístroje se obvykle označují písmenem „N“ nebo

nápisem Non-Ferro [27]. Metoda je přesná na velkých, tvarově jednoduchých plochách, nikoli však na tvarově složitých součástech.

Principem metody je rozdílná vodivost vrstvy a podkladu (základního materiálu). Podstata metody je založena ve vyhodnocování zpětného působení vířivých proudů vybuzených v nemagnetickém kovovém podkladu [27].

Měřicí sonda obsahuje cívku bez jádra, napájenou vysokofrekvenčním střídavým proudem. Kolem cívky se poté vytváří elektromagnetické pole. Přiblíží-li se do blízkosti sondy nemagnetický vodivý materiál, vznikají v něm tzv. vířivé proudy, které vytvářejí své vlastní vysokofrekvenční elektromagnetické pole. Toto pole působí v opačném směru než je pole cívky. Výsledné pole získáme vektorovým součtem obou polí, který je menší než původní. Změna pole je měřitelná a je vyhodnocena jako vzdálenost sondy od elektricky vodivého materiálu [27, 28].

Měření povlaků vytvořených anodickou oxidací je specifikované v normě ČSN EN ISO 2360 (Nevodivé povlaky na nemagnetických elektricky vodivých podkladech - Měření tloušťky povlaku - Metoda vířivých proudů využívající změny amplitudy) [28].



Obr. 17 Schéma metody vířivých proudů;

Eddy currents - vířivé proudy, Coil - cívka, Conductive material - vodivý materiál, Coil's magnetic field - magnetické pole cívky, Eddy current's magnetic field - magnetické pole vířivých proudů.

3.7.3.1 Destruktivní metody

Metody vyžadují destrukci zkoušeného materiálu nebo výrobu za účelem přípravy speciálního vzorku. Nejznámější metodou je měření tloušťky vrstev mikroskopickou metodou dle ČSN EN ISO 1463 prováděné na metalografickém výbrusu.

V případě tenkých vrstev by povrchová vrstva na kolmém řezu mohla být obtížně pozorovatelná, zvláště v případě pozorování na světelném mikroskopu, proto se často připravují řezy šikmé (nezbytná znalost přesného úhlu řezu) [29].

Tloušťka vrstvy se měří po vybroušení, vyleštění a v případě potřeby naleptáním vhodným leptadlem, kde jsou pomocí světelného nebo rastrovacího elektronového mikroskopu pořízeny snímky k hodnocení. V případě tloušťky povlaku naměřené na šikmém řezu se musí provést přepočítání na skutečnou tloušťku povlaku [29]. Vlastní měření tloušťky vrstvy pak může být provedeno v několika krocích přímo na živém obraze, nebo na již pořízených snímcích v analýzách obrazu.

4. Metodická část experimentální práce

Pro realizaci experimentu bylo využito pět rozdílných materiálů hliníku a jeho slitin, a to jak z hlediska chemického složení, tak i způsobu výroby (tj. tváření za studena, odlévání). Tyto materiály byly tvrdě anodicky oxidovány (TYP III) ve společnosti PBS Velká Bíteš, a.s. Podmínky jejich předúpravy, dokončovací operace, teplota a koncentrace anodizační lázně byly stejné, rozdílná byla pouze doba anodizace a velikost proudové hustoty. Dle zhotovitele by se výsledná tloušťka vytvářené vrstvy oxidu měla pohybovat v rozmezí $30 \pm 5 \mu\text{m}$.

Požadavky na vyhodnocení experimentu:

- 1) Struktura základního materiálu.
- 2) Kvalita povrchu materiálu po anodické oxidaci.
- 3) Drsnost povrchu materiálu před a po anodické oxidaci.
- 4) Tloušťka vrstvy oxidu a vyhodnocení její rovnoměrnosti a souvislosti na metalografickém výbrusu.
- 5) Tvrdost anodizované vrstvy oxidu.
- 6) Diskuze výsledků experimentální práce.

4.1 Experimentální materiál

Materiál A (99,999 hm.% Al) - plech tvářený za studena o rozměrech vzorku pro tvrdou anodickou oxidaci 60,25 x 54,2 x 2,94 mm.

Materiál B (99,5 hm.% Al) - plech tvářený za studena o rozměrech vzorku pro tvrdou anodickou oxidaci 60,4 x 54,4 x 4,91 mm. Chemické složení materiálu předepsané dle normy ČSN 42 4005 je uvedeno v tab. 9 [30].

Materiál C (AlMg5) - plech tvářený za studena o rozměrech vzorku pro tvrdou anodickou oxidaci 60,25 x 54 x 4,91 mm. Chemické složení materiálu předepsané dle normy ČSN 424415 je uvedeno v tab. 9 [31].

Materiál D (Al slitina 6061) - tvářená slitina hliníku o rozměrech vzorku pro tvrdou anodickou oxidaci 60,7 x 54 x 8,95 mm, plocha vzorku byla před zahájením anodizace ručně broušena. Chemické složení uvedené v tab. 9, stanovené metodou optické emisní spektrometrie s doutnavým výbojem, odpovídá hliníkové slitině Al 6061.

Materiál E (AlSi9Cu3) - odlévaná slitina hliníku o rozměrech vzorku pro tvrdou anodickou oxidaci 60,4 x 54 x 3,17 mm, plocha vzorku byla před zahájením anodizace ručně broušena. Chemické složení uvedené v tab. 9, stanovené metodou optické emisní spektrometrie s doutnavým výbojem, odpovídá materiálu AlSi9Cu3 dle ČSN EN 1706.

Tab. 9 Chemické složení výchozího materiálu [hm.%].

prvek	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ni	ostatní	Al
materiál A	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	99,999
materiál B	0,3	0,4	0,05	-	-	-	0,07	0,05	-	-	99,5
materiál C	0,7	0,4	0,1	0,6	4	0,3	0,2	0,2	-	0,25 Sb	zb.
materiál D	0,96	0,19	0,04	0,19	1,02	0,25	0,07	0,06	0,01	-	zb.
materiál E	9,5	0,82	3,7	0,42	0,19	0,03	0,65	0,03	0,06	0,01 Sn, 0,04 Pb	zb.

4.2 Použitá experimentální technika

Analýza povrchu vzorků po anodické oxidaci byla dokumentována pomocí stereomikroskopu OLYMPUS SZ 40 a rastrovacího elektronového mikroskopu PHILIPS XL-30.

Drsnost povrchu vzorků před a po anodické oxidaci byla měřena pomocí dotykového drsnoměru s označením TR 200 od společnosti Time Group, Inc.

Vzorky pro metalografickou analýzu byly děleny za intenzivního chlazení na automatické rozbrušovací pile Discotom-2 by STRUERS, a to v podélném a příčném řezu. Metalografické výbrusy byly připravené běžným způsobem. Vzorky byly zalisovány za tepla v lisu LECO PR-4X. Po zalisování vzorků následovalo broušení za mokra na brusných papírech o zrnitostech 220, 320, 800, 1000, 2400, 4000 po dobu 5 minut, leštění diamantovými pastami o velikosti zrn 7 μm , 3 μm , 1 μm po dobu 5 minut a leštění chemicko-mechanické pomocí suspenze OP-S (Colloidal Silica Suspension for Final Polishing) od firmy STRUERS. K tomu bylo využito poloautomatického zařízení LECO GPX 300. Celkem bylo připraveno 10 vzorků, tj. před anodickou oxidací 5 vzorků (označení vzorků A1, B1, C1, D1, E1) a po anodické oxidaci 5 vzorků (označení vzorků A2, B2, C2, D2, E2).

Vzorky A1, B1, C1, D1, E1 byly naleptány na mikrostrukturu leptadlem FUSS.

Takto připravené vzorky byly pozorovány na metalografickém mikroskopu OLYMPUS GX-71 při použitím zvětšení objektivu 10x, 20x a 50x a dokumentovány digitální kamerou DP 11. Celkové zvětšení snímků při dokumentaci tedy bylo přibližně 100, 200 a 500x.

Tloušťka anodizovaných vrstev byla měřena ze snímků pořízených na světelném mikroskopu při zvětšení 200x za pomoci analýzy obrazu (software NIS Elements A.R. 2.4 od firmy NOKIA LABORATORY IMAGING). Na každém z pořízených snímků byly manuálně naprahovány jednotlivé vrstvy, na kterých bylo automaticky provedeno měření tloušťky a statické zpracování měřených hodnot. Tloušťka vrstvy oxidu byla také pro porovnání měřena za pomoci nedestruktivní zkoušky vířivých proudů na přístroji Elcometer R47F2M03AL.

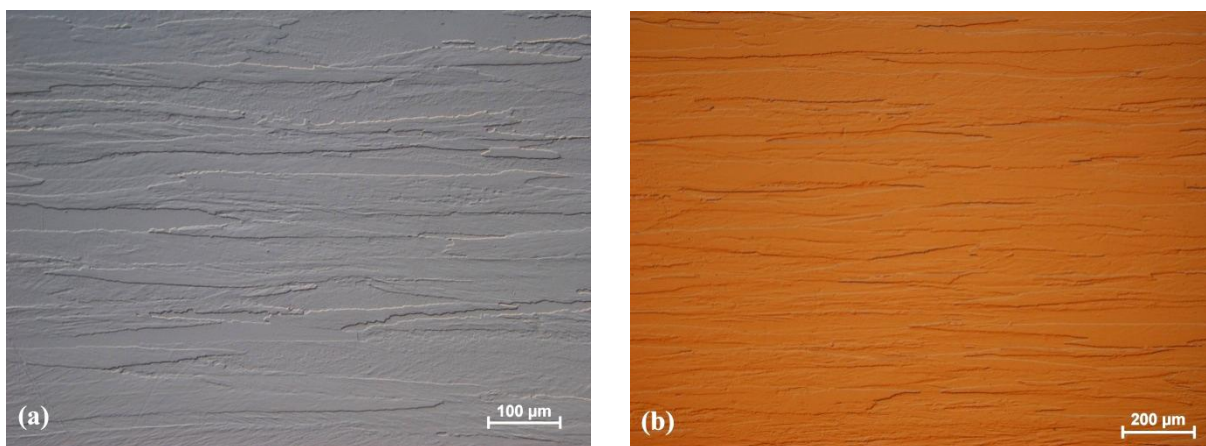
Chemická analýza materiálu vzorku C a D ve výchozím stavu byla provedena na spektrometru s doutnavým výbojem SPECTRUMAT GDS 750 od firmy LECO.

Tvrdość anodizovaných vrstev HV 0,05 (zatížení 0,05 kg / 10 s) byla měřena, dle normy ČSN EN ISO 7599, na povrchu vzorku v pěti náhodně zvolených místech. Následně pak byla také měřena tvrdość základního materiálu HV 1 (zatížení 1 kg / 10 s), dle normy ČSN EN ISO 6507-1, rovněž v pěti náhodně zvolených místech vzorku. Tvrdość dle Vickerse byla měřena na automatickém mikrotvrdoměru LM 247 AT firmy LECO a vyhodnocena pomocí softwaru pro automatické měření AMH 200.

4.3 Výsledky a diskuze experimentální práce

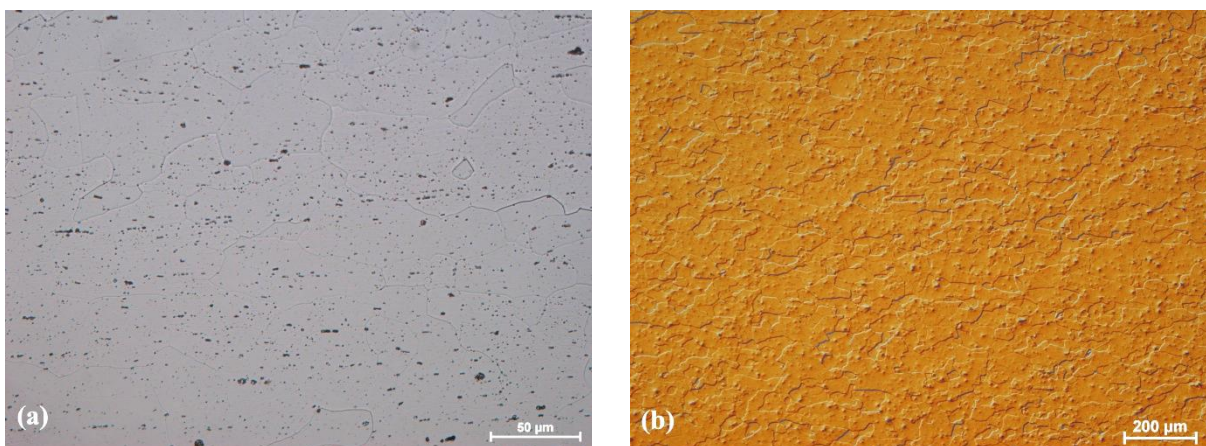
4.3.1 Mikrostruktura výchozího stavu základního materiálu

Materiál A - struktura je tvořena protáhlými zrny ve směru tváření. Dále ve struktuře nebyla pozorována přítomnost žádných nečistot. Velikost zrna po celé ploše pozorovaného výbrusu byla stejná, viz obr. 18.



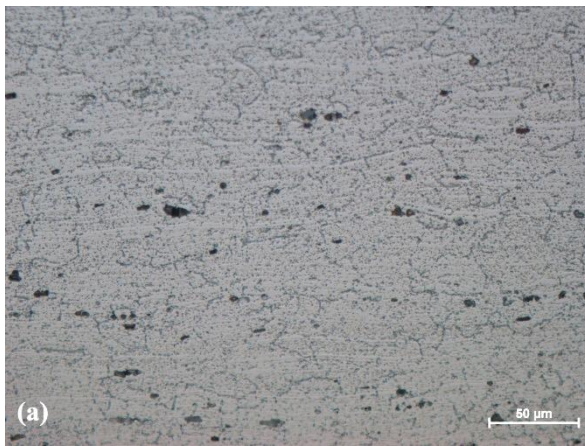
Obr. 18 Struktura materiálu A (99,999 hm.% Al) a) zv. 200x (SM), b) zv. 100x (SM).

Materiál B - rovnoběžně se směrem tváření lze pozorovat protáhlá zrna tuhého roztoku α s jemnou disperzí částic intermetalické fáze na bázi FeMnSi, která jsou rozložena v celé ploše pozorovaného výbrusu rovnoměrně, viz obr. 19.



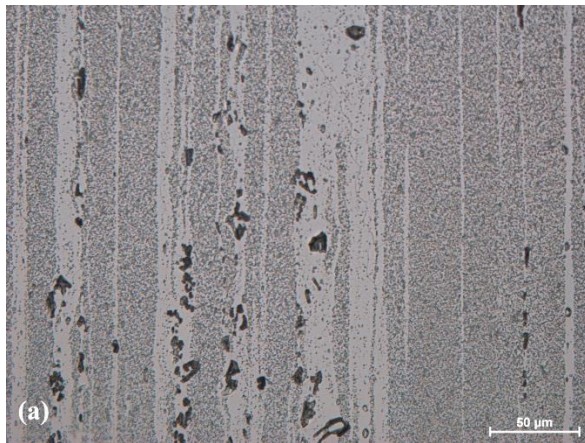
Obr. 19 Struktura materiálu B (99,5 hm.% Al) a) zv. 500x (SM), b) zv. 100x (SM).

Materiál C - struktura je tvořena tuhým roztokem α a intermetalickými fázemi. S největší pravděpodobností hranice zrn lemuje jemné částice fáze Mg_2Al_3 , uvnitř hranic zrn lze také pozorovat jemnější částice intermetalické fáze Mg_2Si a hrubší částice $(Fe,Mn)Al_6$ [31], viz obr. 20.



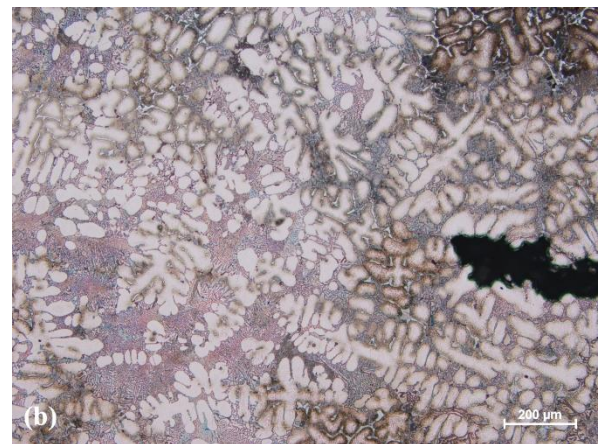
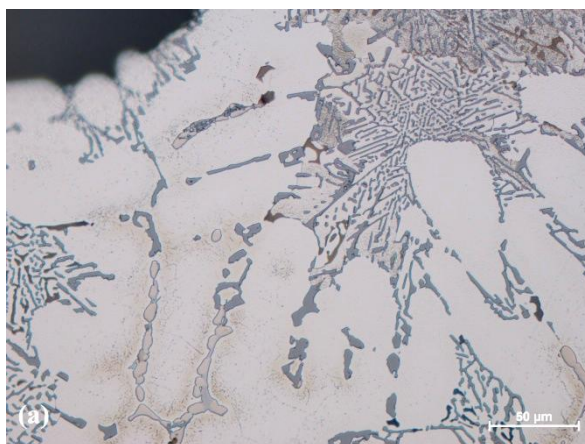
Obr. 20 Struktura materiálu C (AlMg5) a) zv. 500x (SM), b) zv. 100x (SM).

Materiál D - struktura je tvořena tuhým roztokem α , s hrubými částicemi Mg_2Si a disperzí jemných částic $FeSiAl_{12}$ [31], viz obr. 21.



Obr. 21 Struktura materiálu D (Al slitina 6061) a) zv. 500x (SM), b) zv. 100x (SM).

Materiál E - litá struktura je tvořena primárními krystaly tuhého roztoku α , eutektikem $\alpha+Si$, intermetalickou fází a intermediální sloučeninou $CuAl_2$. Pozorovaná mikrostruktura odpovídá struktuře modifikovaného siluminu [33], viz obr. 22.

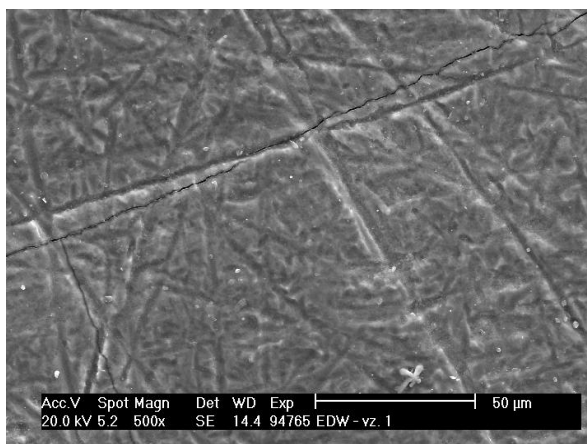


Obr. 22 Struktura materiálu E (AlSi9Cu3) a) zv. 500x (SM), b) zv. 100x (SM).

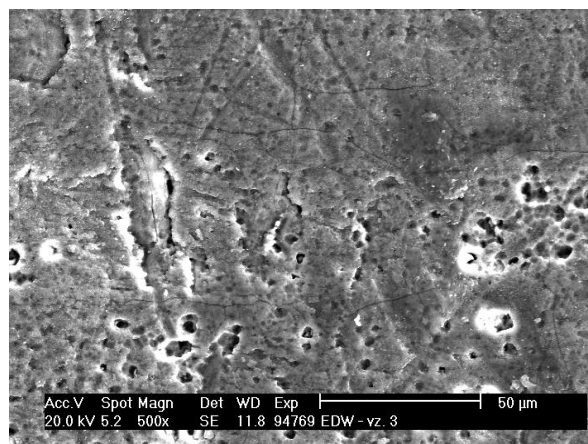
4.3.2 Kvalita povrchu po anodické oxidaci

Povrch vrstev po anodické oxidaci byl nejprve pozorován pomocí stereomikroskopu, kde nebyly na povrchu pozorovány žádné trhliny, které by souvisely s vlastním procesem anodické oxidace. Po bližším prozkoumání povrchu pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu byly na povrchu anodizované vrstvy u všech vzorků pozorovány mikrotrhliny. Na obr. 23 je povrch anodizované vrstvy oxidu materiálu A a na obr. 24 povrch anodizované vrstvy oxidu materiálu C. Kompletní dokumentace pořízených snímků ostatních materiálů povrchu jsou uvedeny v příloze 2. Nejmenší výskyt trhlin byl pozorován u anodizovaného materiálu s označením A2, největší pak u materiálu s označením E2.

U jednotlivých materiálů byly pozorovány i (i) plošné nerovnosti, způsobené předchozím tvářením za studena (A2, C2, D2), po ručním broušení (D2, E2) a po odlévání (E2), tzn. vrstva rostoucí nad povrch základního materiálu, kopírovala nerovnosti způsobené předchozím mechanickým opracováním povrchu před anodickou oxidací. Tento efekt byl také popsán v literatuře [9, 10]. (ii) Nerovnosti důlkové (C2, D2, E2), způsobené vydrolováním částic intermetalické fáze z povrchu anodizované vrstvy projevující se v podobě otevřené porozity.



Obr. 23 Povrch anodizovaného materiálu A (99,999 hm.% Al) - zv. 500x (REM).



Obr. 24 Povrch anodizovaného materiálu C (AlMg5) - zv. 500x (REM).

4.3.3 Drsnost povrchu před a po anodické oxidaci

Naměřené hodnoty drsnosti povrchu před a po anodické oxidaci jsou uvedeny v tab. 10.

Tab. 10 Střední aritmetická úchylka profilu Ra [μm].

Označení vzorku	A	B	C	D	E
Střední aritmetická úchylka profilu Ra před anodickou oxidací	0,169	0,415	0,127	0,631	0,844
Střední aritmetická úchylka profilu Ra po anodické oxidaci	0,721	0,973	1,126	0,742	3,002

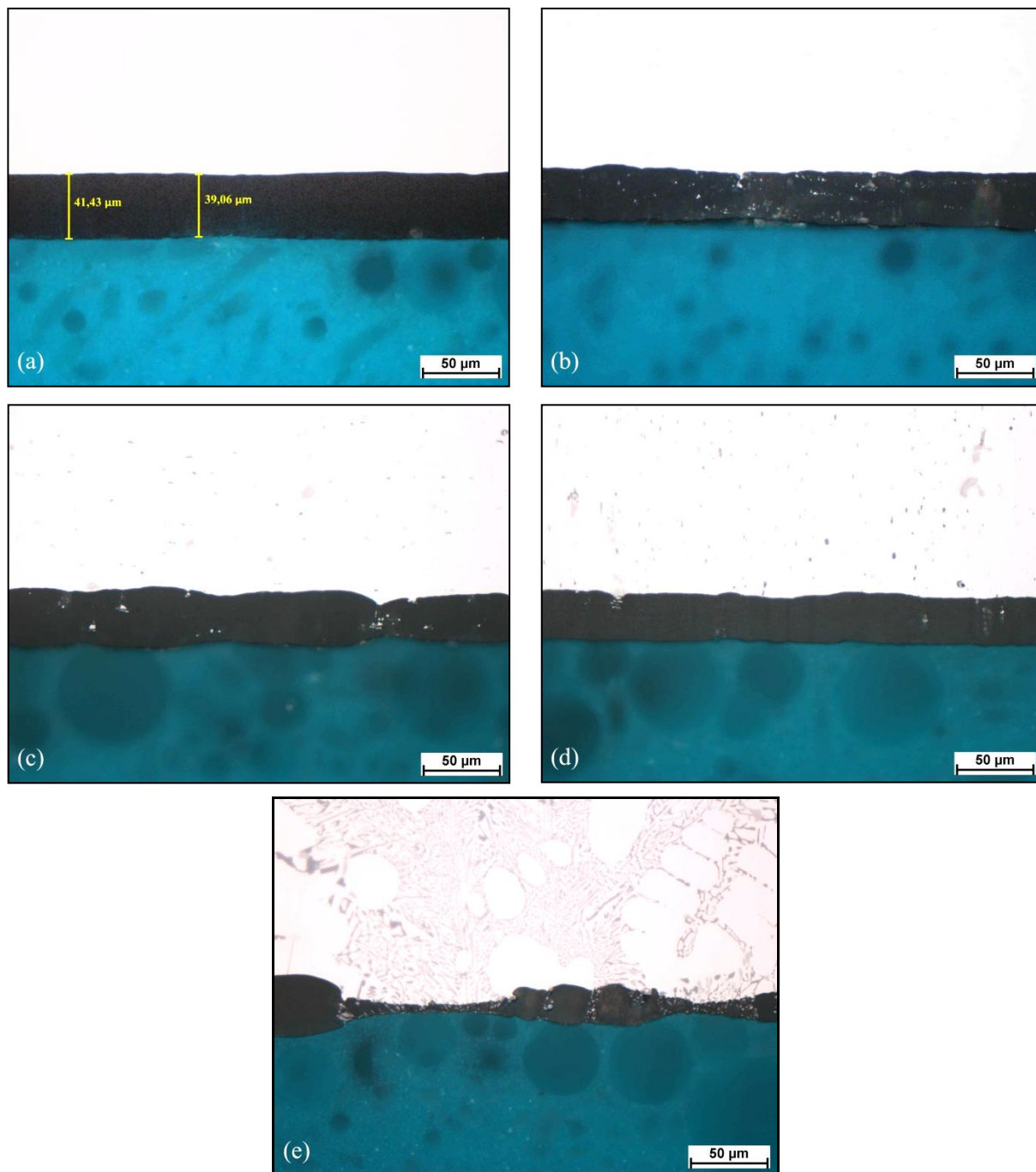
U materiálů tvářených za studena A, B a D se drsnost zvýšila v průběhu anodizace o 0,11 až 0,56 μm . Výjimku tvořil pouze materiál C, kde nárůst drsnosti byl až 1 μm . Takový nárůst drsnosti mohl být způsoben částicemi Mg_2Al_3 , které byly obsaženy v základním materiálu. U slévarenské slitiny, materiál E, byl nárůst drsnosti podstatně vyšší až o 2,2 μm . Takový rozdíl drsností mezi tvářenými materiály za studena A, B, D a litém materiálem E je běžný [16].

Pokud porovnáme navzájem tvářené materiály A, B, D mezi sebou a vliv jednotlivých částic obsažených v základním materiálu před anodickou oxidací na nárůst drsnosti povrchu po anodické oxidaci, tak největší nárůst drsnosti povrchu byl zaznamenán u materiálu B, který

v základním materiálu obsahoval intermetalickou fázi na bázi FeMnSi. Naopak nejmenší nárůst drsnosti povrchu po anodické oxidaci jsme zaznamenali u materiálu D, který v základním materiálu obsahoval disperzi jemných částic FeSiAl₁₂.

4.3.4 Tloušťka vrstvy oxidu, její souvislost a rovnoměrnost

Vrstva oxidu na vzorku A2 je rovnoměrná a souvislá, viz obr. 25a. Na vzorcích B2 (obr. 25b), C2 (obr. 25c) a D2 (obr. 25d) je ve struktuře základního materiálu patrný výskyt částic intermetalické fáze. Tyto částice se nacházejí v základním materiálu i ve vrstvě oxidu. Jejich množství je totožné. U vzorku E2 (obr. 25e) je vrstva nerovnoměrná a nesouměrná. V místech přítomnosti eutektika α +Si, intermetalické fáze a CuAl₂ vrstva dokonce nebyla lokálně vytvořena.



Obr. 25 Vrstva oxidu po anodické oxidaci zv. 500x (SM)
a) vzorek A2 (99,999 hm.% Al), b) vzorek B2 (99,5 hm.% Al), c) vzorek C2 (AlMg5),
d) vzorek D2 (Al slitina 6061), e) vzorek E2 (AlSi9Cu3).

Největší tloušťka vrstvy oxidu byla naměřena u vzorku s označením A2, nejmenší pak u vzorku s označením E2, u kterého bylo měření vrstvy místy takřka nemožné. Tloušťky vrstev jednotlivých materiálů jsou uvedeny v tab. 11. Dle zhotovitele se měla výsledná tloušťka vrstvy pohybovat v rozmezí $30 \pm 5 \mu\text{m}$. U vzorku A2 výsledná tloušťka vrstvy oxidu přesahuje hodnotu stanovenou zhotovitelem. U vzorků B2, C2, D2 zhotovitel splnil stanovenou hodnotu výsledné tloušťky vrstvy a u vzorku E2 zhotovitel nesplnil stanovenou hodnotu výsledné tloušťky vrstvy $30 \pm 5 \mu\text{m}$, výsledná tloušťka vrstvy oxidu byla pouze $25,3 \pm 9,3 \mu\text{m}$.

S rostoucím množstvím příměsí a legur, klesá tloušťka vytvářené vrstvy oxidu. Čím je základní hliníkový materiál vyšší čistoty, tím je výsledná anodizovaná vrstva rovnoměrnější, souvislejší a tlustší. Stanovené hodnoty tlouštěk vrstev oxidů pomocí metod obrazové analýzy a vířivých proudů jsou téměř totožné. Musíme ale zdůraznit, že měřená plocha byla tvarově jednoduchá.

Tab. 11 Tloušťka vrstev oxidu [μm] stanovená obrazovou analýzou a vířivými proudy.

Způsob měření	A2	B2	C2	D2	E2
Obrazová analýza	40,6 \pm 2,6	35,8 \pm 4,3	33,6 \pm 4,9	31,1 \pm 3,7	25,3 \pm 9,3
Vířivé proudy	40	34,7	33,6	30,2	29,3

4.3.5 Tvrlosti anodizovaných vrstev

Střední aritmetické hodnoty tvrdosti anodizované vrstvy, dle normy ČSN EN ISO 4516, a základního materiálu, dle normy ČSN EN ISO 6507-1, jsou uvedeny v tab. 12. Vtisky ve vrstvě oxidu vzorku A2 po měření nebyly zborcené či jinak deformované, u vzorku B2 byly některé vtisky protáhlé a z vtisku se šířily trhliny (vrstva tvrdá a křehká), vtisky ve vrstvách oxidů vzorků C2, D2 byly místy protažené, místy zborcené a to hlavně v místech, kde se poblíž vtisku vyskytovala částice (vrstva měkká a houževnatá). U vzorku E2, tj. slévárenské slitiny nebylo možné změřit tvrdost HV 0,05 dle platné normy. Vtisk byl příliš velký a deformovaný, proto bylo použito menší zatížení HV 0,025, ale i tak tvrdost vrstvy byla obtížně měřitelná, viz tab. 13.

Tvrdot vrstev u tvářených materiálů A, B, C a D odpovídá dostupné literatuře [16]. Mírný nárůst tvrdosti vrstvy u vzorku B2 oproti A2 mohl být způsoben intermetalickou fází FeMnSi obsaženou v základním materiálu. U vzorků C2 a D2 pokles tvrdosti oproti vzorku A2 mohl být způsoben částicemi obsaženými v základním materiálu.

Tab. 12 Tvrdoti anodizovaných vrstev.

Označení vzorku	A2	B2	C2	D2
Vrstva oxidu HV 0,05	478	482	436	444
Základní materiál HV 1	29	24	73	89

Tab. 13 Tvrdot anodizované vrstvy.

Označení vzorku	E2
Vrstva oxidu HV 0,025	408
Základní materiál HV 1	75

5. Závěr

Cílem experimentální části práce bylo zhodnotit vliv pěti rozdílných materiálů hliníku a jeho slitin na kvalitu tvrdě anodizovaných vrstev. Na základě získaných výsledků, lze konstatovat tyto závěry:

- S rostoucím množstvím částic v základním materiálu, se zvětšuje množství výskytu mikrotrhin a důlků na povrchu anodizovaného materiálu. Podle Pilling - Bedworthova pravidla, které je definováno jako poměr objemu oxidu vzniklého anodizací $V_{Al_2O_3}$ k objemu spotřebovaného hliníku V_{Al} , ležícího v rozmezí hodnot 1-2 anodizovaný materiál významně zvětšuje svůj objem.
- Drsnost povrchu po anodické oxidaci je zásadně ovlivněna předchozí technologií výroby. U materiálů tvářených za studena se nárůst drsnosti pohyboval v rozmezí 0,11 až 0,56 μm , u slévárenské slitiny byl pozorován nárůst až o 2,2 μm . Tvářená slitina hliníku AlMg5 vykazovala nárůst drsnosti až o 1 μm .
- Povrch anodizovaných vrstev kopíruje původní povrch základního materiálu. V materiálech hliníku a jeho slitin, kde byl patrný výskyt částic, se tyto částice nacházejí i ve vytvořené anodizované vrstvě. U materiálů 99,5 hm.%, AlMg5 a Al slitiny 6061 zhotovitel splnil stanovenou hodnotu výsledné tloušťky vrstvy oxidu $30 \pm 5 \mu\text{m}$.
- K tvrdé anodické oxidaci jsou vhodné tvářené materiály hliníku a jeho slitin. Čím vyšší je čistota základního materiálu, tím je vytvářená vrstva oxidu tlustší, souvislejší a rovnoměrnější. Tvrdost anodizované vrstvy byla větší u 99,5 hm.% Al než 99,999 hm.% Al. Intermetalická fáze na bázi FeMnSi zvyšuje tvrdost vrstvy oxidu. Slévárenská modifikovaná slitina hliníku AlSi9Cu3 není vhodná pro tvrdou anodickou oxidaci.

Seznam použitých zdrojů

- [1] AL INVEST BŘIDLIČNÁ, a. s. *Alinvest: hliník: historie-hliníku* [online]. 2012 [cit. 2013-03-28]. Dostupné z: <http://www.alinvest.cz/hlinik/historie-hliniku>
- [2] *Encyklopedie hliníku*. Děčín: Alcan Děčín Extrusions, 2005, 1 elektronický optický disk (CD-ROM). ISBN 80-890-4188-4.
- [3] EKOCHÉM-PPÚ s.r.o. *Anodická oxidace hliníku a jeho slitin - eloxování* [online]. [cit. 2013-03-29]. Dostupné z: http://www.ekochemppu.cz/Materi%C3%A1ly/Anodicka_oxidace_hliniku_a_jeho_slitin.pdf
- [4] TUREK, T. *Moderní úpravy práškovými laky* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010 [cit. 2013-03-31]. 56 s. Dostupné z: http://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=28884
Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí bakalářské práce Ing. Jaroslav Kubíček.
- [5] CHROMTECH. *Chromátování hliníku (pasivace)* [online]. [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.chromtech.cz/cz/chromatal.htm>
- [6] TOMÁŠ, Fiala. *Tvrdé a otěruvzdorné vrstvy na slitinách hliníku* [online]. Praha, 2006, s. 1-9 [cit. 2013-03-31]. Dostupné z: http://stc.fs.cvut.cz/History/2006/Sbornik_S2.pdf
- [7] ALUCAD BOHEMIA. [online]. [cit. 2013-03-29]. Dostupné z: http://www.alucad.cz/public/var/files/file_109.pdf
- [8] OSTRÁ, Vladislava a Petr HOLEČEK. Vliv doby anodické oxidace hliníku na parametry výsledné oxidické vrstvy. *Povrcháři* [online]. 2011, č. 5, s. 7-10 [cit. 2013-03-29]. ISSN 1802-9833. Dostupné z: http://www.povrchari.cz/kestazeni/201105_povrchari.pdf
- [9] COTELL, C.M., SPRAGUE, J.A., SMIDT, F.A. *ASM Handbook - Vol.5 Surface Engineering*, ASM International, Ohio 1994.
- [10] HUŠEK, Martin. *Tvařitelnost tenkých ocelových plechů s povrchovou úpravou eloxovaného hliníku: Formability of thin steel sheets coated with anodized aluminium* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011 [cit. 2013-03-28]. 139 s. Dostupné z: http://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=44920
Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí dizertační práce doc. Ing. Milan Dvořák, CSc.
- [11] KREIBICH, Viktor. *Příčiny a důsledky nevhodných aplikací povrchových úprav: Causes and consequences undersirable applications of surface treatments*. V Praze: České vysoké učení technické, 2004, 29 s. ISBN 80-010-3120-9.
- [12] OSTRÁ, Vladislava a Petr HOLEČEK. Vliv materiálu a teploty eloxování na tvrdost oxidické vrstvy Al slitin. *Povrcháři* [online]. 2010, č. 9, s. 3-6 [cit. 2013-03-31]. ISSN 1802-9833. Dostupné z: http://www.povrchari.cz/kestazeni/201009_povrchari.pdf

- [13] VÁLA, J. *Anodická oxidace (Struktura a růst vrstvy)* [online]. 2009 [cit. 2013-03-28]. Dostupné z: <http://www.lakovna.cz/anodicka-oxidace-struktura-a-rust-vrstvy/vsechny-strany.html>
- [14] KREIBICH, Viktor a Vladislava OSTRÁ. Chyby při eloxování hliníku a jeho slitin. *Povrcháři* [online]. 2009, č. 3, s. 3-5 [cit. 2013-03-31]. ISSN 1802-9833. Dostupné z: http://www.povrchari.cz/kestazeni/200903_povrchari.pdf
- [15] MICHNA, Štefan. *Koroze: Povrchová úprava - eloxování.* [online]. 2008 [cit. 2013-04-15]. Dostupné z: <http://www.stefanmichna.com/download/koroze/povrchova-uprava-eloxovani.pdf>
- [16] FIALA, Tomáš. *Tvrdé vrstvy na slitinách hliníku* [online]. 2007 [cit. 2013-03-28]. Dostupné z: http://stc.fs.cvut.cz/History/2007/Sbornik/S2/Fiala_Tomas_12123.pdf
- [17] SULKA, G. D.: *Nanostructured materials in electrochemistry.* Weinheim: Wiley - VCH, 2008, s. 1-117. ISBN 978-3-527-31876-6.
- [18] ŠULC, František. *Vady a jejich příčiny při barvení eloxovaných povrchů* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012 [cit. 2013-03-31]. 74 s. Dostupné z: http://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=53621. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí diplomové práce Ing. Jaroslav Kubíček.
- [19] LARS CHEMIE SPOL. s.r.o. *Chemie lars: galvanovna: eloxovani* [online]. [cit. 2013-03-31]. Dostupné z: <http://chemie.lars.cz/galvanovna/eloxovani/>
- [20] ČSN EN ISO 7599. *Anodická oxidace hliníku a jeho slitin - Všeobecné specifikace pro anodické oxidové povlaky na hliníku.* Praha: Český normalizační institut, 2011.
- [21] KRAUS, Václav. *Povrchy a jejich úpravy.* 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2000, 216 s. ISBN 80-708-2668-1.
- [22] ČSN EN ISO 4516. *Kovové a jiné anorganické povlaky - Zkoušky mikrotvrdomosti podle Vickerse a podle Knoopu.* Praha: Český normalizační institut, 2003.
- [23] DOLEŽAL, Pavel a Bohumil PACAL. *Hodnocení mikrotvrdomosti struktur materiálů.* Studijní opory pro výuku předmětů na UMVI [online]. [cit. 2013-04-15]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/hmsm/index.htm>
- [24] AICHLER, Jaroslav. *Systém managementu měření.* [s.l.], 55 s. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. Vedoucí diplomové práce Ing. Petr Koška, Ph.D.
- [25] TYKAL, Miroslav. *Normalizace struktury povrchu, současný stav a trendy vývoje.* [cit. 2013-14-04]. Dostupné z: http://gps.fme.vutbr.cz/STAH_INFO/41_Tykal_TNK7.pdf
- [26] *NDT Method Summary* [online]. [cit. 2013-04-17]. Dostupné z: <http://www.ndt-ed.org/GeneralResources/MethodSummary/MethodSummary.htm>

- [27] ZÁHORSKÝ, Zbyněk. *Měření tloušťky vrstev: Layer Thickness Measurement*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 1 elektronický optický disk [CD-ROM / DVD]. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Petr Beneš, Ph.D.
- [28] KREISLOVÁ, Kateřina. *Přehled metod měření tloušťky povlaků*. Praha: Český normalizační institut, 2008, 42 s. ISBN 978-80-7283-251-4.
- [29] *Metalografie III.: Metody studia povrchových vrstev a povlaků - teorie*. [online]. [cit. 2013-03-31]. Dostupné z: http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/labor/fm_metalografie_3/index.htm
- [30] PROAL s.r.o. *Hliníkové profily: Hliníkové slitiny* [online]. [cit. 2013-05-08]. Dostupné z: <http://www.proal.cz/info/slitiny.htm>
- [31] Metals Handbook, 8th Edition, vol. 7 - Atlas of Microstructures of Industrial Alloys, prepared under the direction of the ASM Handbook Committee, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 1972.
- [32] KLAČURKOVÁ, Lenka, Karel SLÁMEČKA, Ladislav ČELKO a Ondřej MAN. *Atlas materiálových struktur: slitiny na bázi neželezných kovů* [CD-ROM]. Verze 1.0.1. 2009. [cit. 2013-05-08].

Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka/symbol	Popis	Jednotka
GS	metoda kyseliny sírové - stejnoseměrný proud	
GSX	metoda kyseliny sírové a šřavelové - stejnosměrný proud	
PTFE	polytetrafluorethylen (teflon)	
HV	tvrdost podle Vickerse	
HK	tvrdost podle Knoop	
pH	stupeň kyselosti	
F	síla	[N]
Ra	průměrná aritmetická úchylka profilu	[μm]
REM	rastrovací elektronový mikroskop	
SM	světelný mikroskop	
zv.	zvětšení	
zb.	zbytek	

Seznam příloh

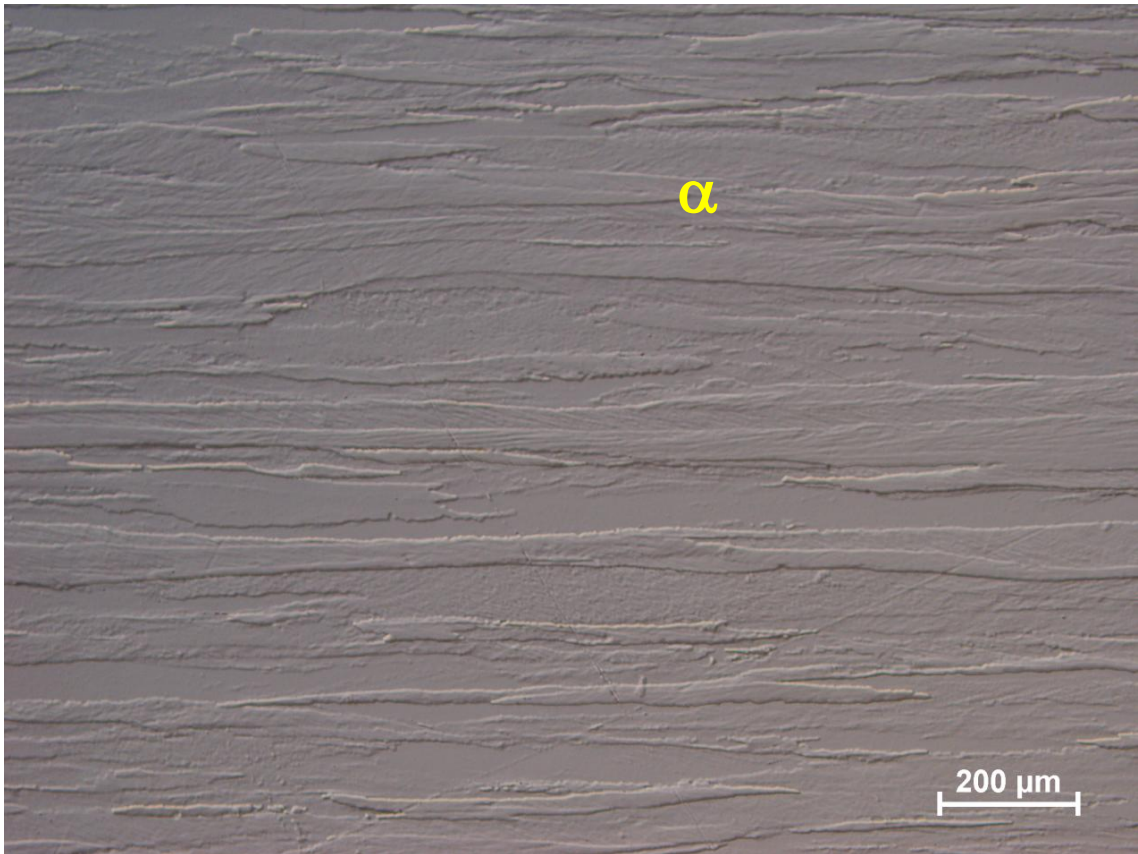
Příloha 1 - Základní struktury výchozího materiálu (SM)

Příloha 2 - Povrch anodizovaného materiálu (REM)

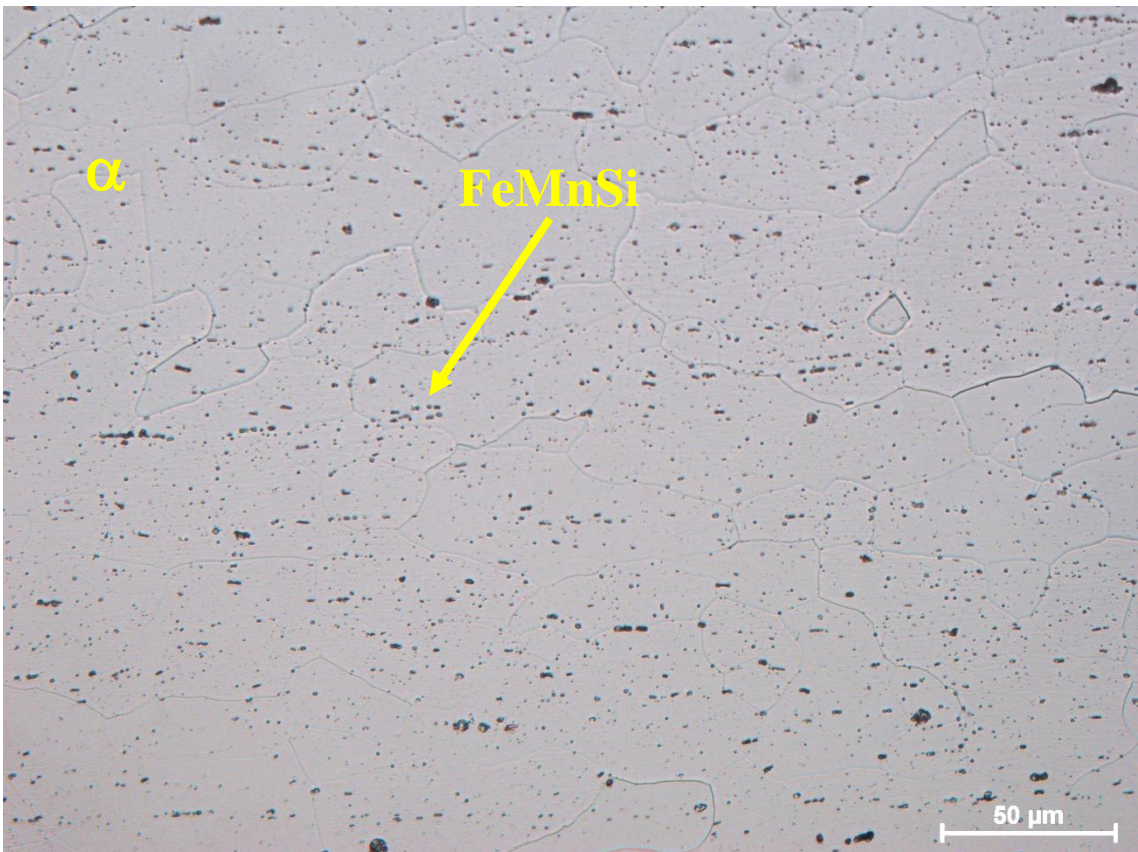
Příloha 3 - Vrstva oxidu po anodické oxidaci (SM)

Příloha 1

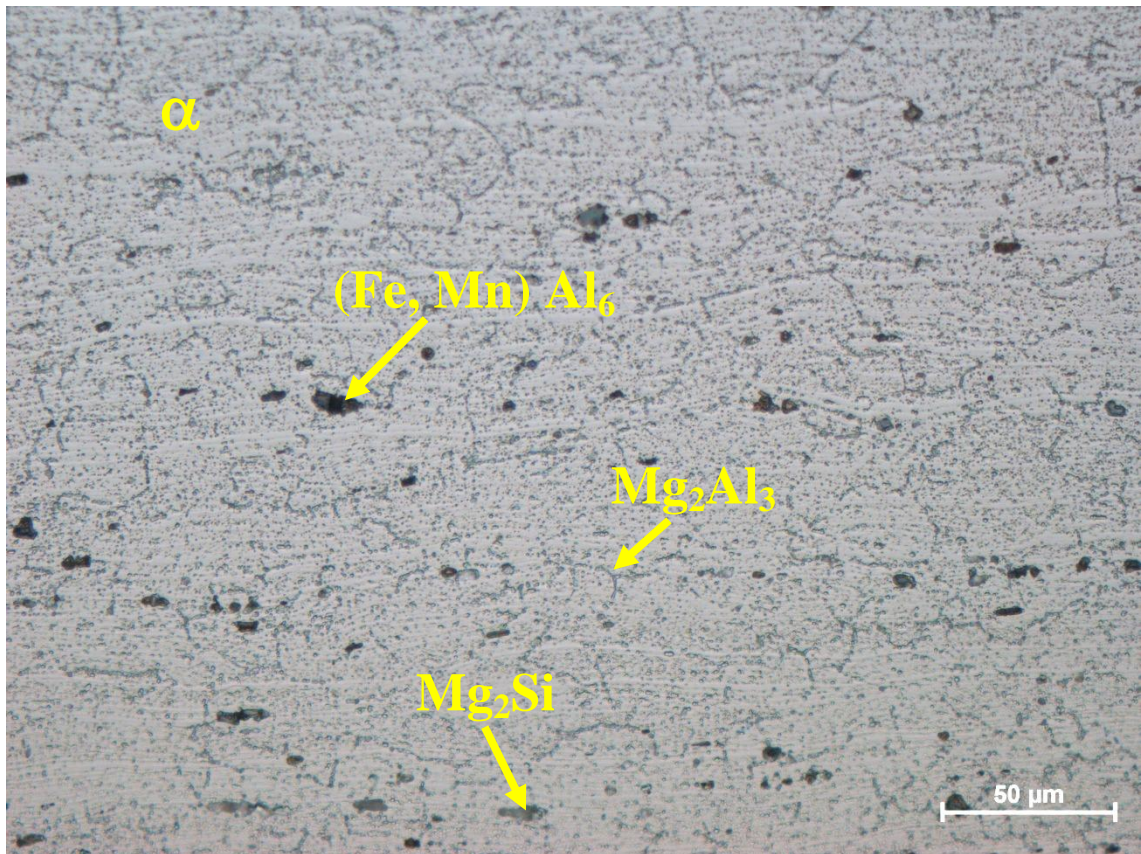
Základní struktury výchozího materiálu (SM)



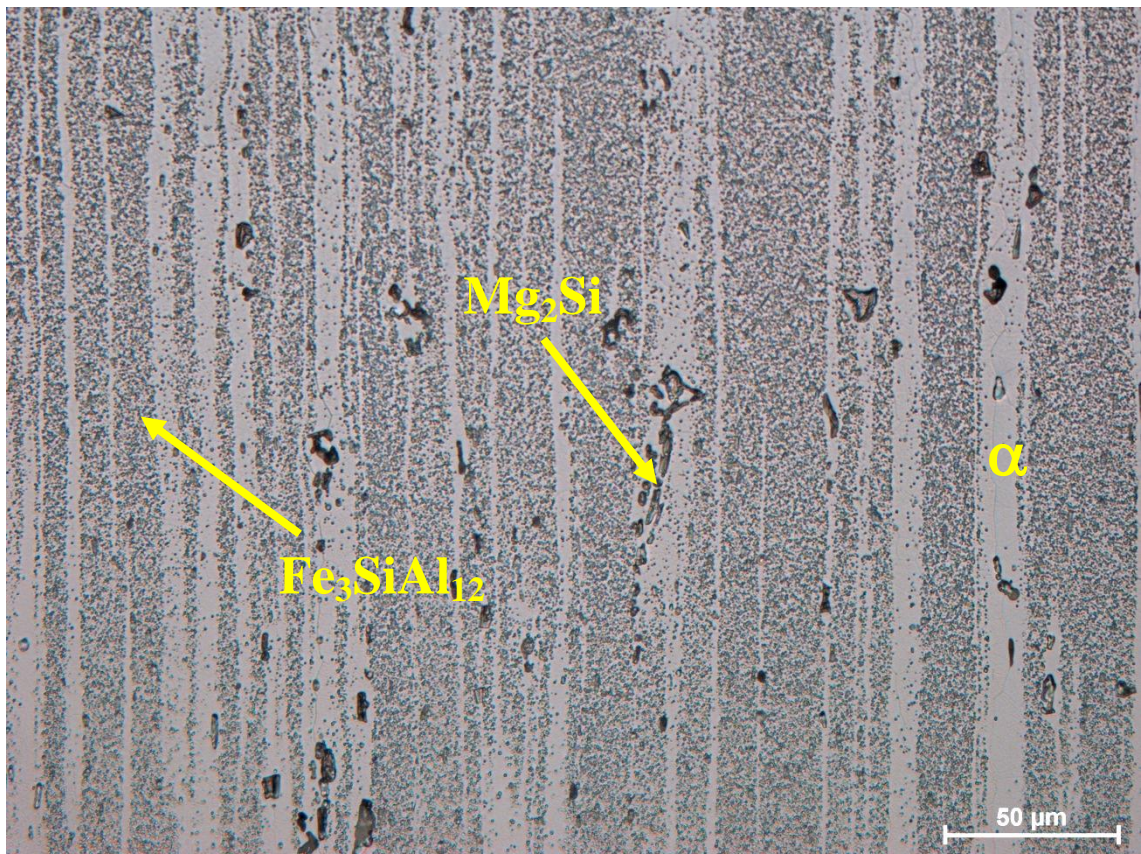
Obr. P1.1 Základní struktura materiálu A (99,999 hm.% Al) - zvětšení 100x (SM).



Obr. P1.2 Základní struktura materiálu B (99,5 hm.% Al) - zvětšení 500x (SM).



Obr. P1.3 Základní struktura materiálu C (AlMg5) - zvětšení 500x (SM).



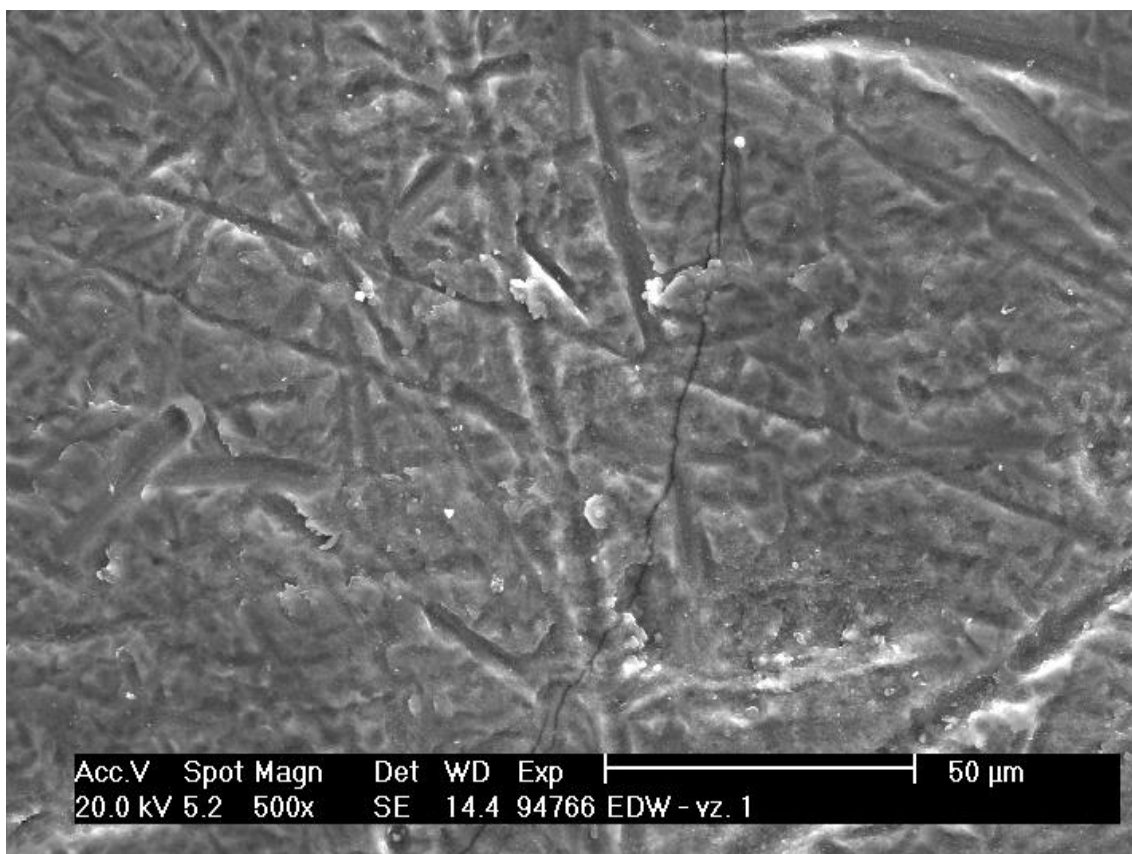
Obr. P1.4 Základní struktura materiálu D (Al slitina 6061) - zvětšení 500x (SM).



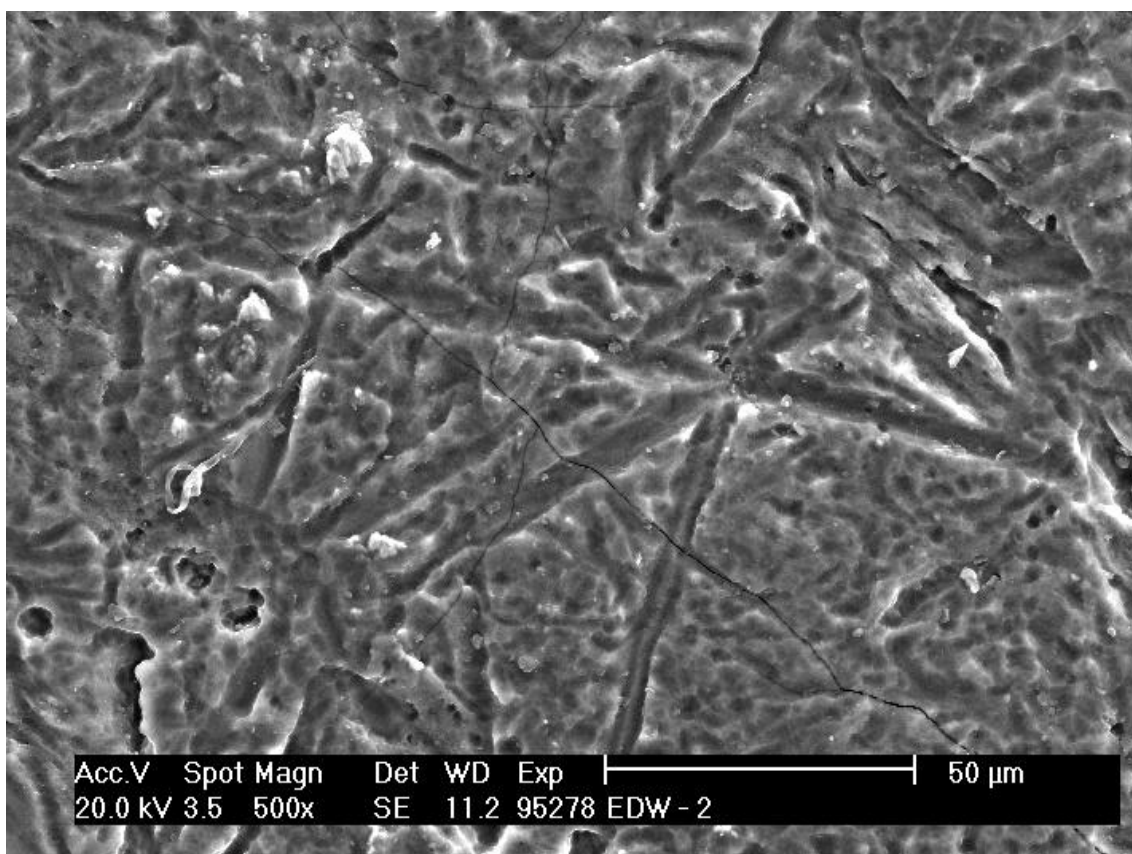
Obr. P1.5 Základní struktura materiálu D (AlSi9Cu3) - zvětšení 500x (SM).

Příloha 2

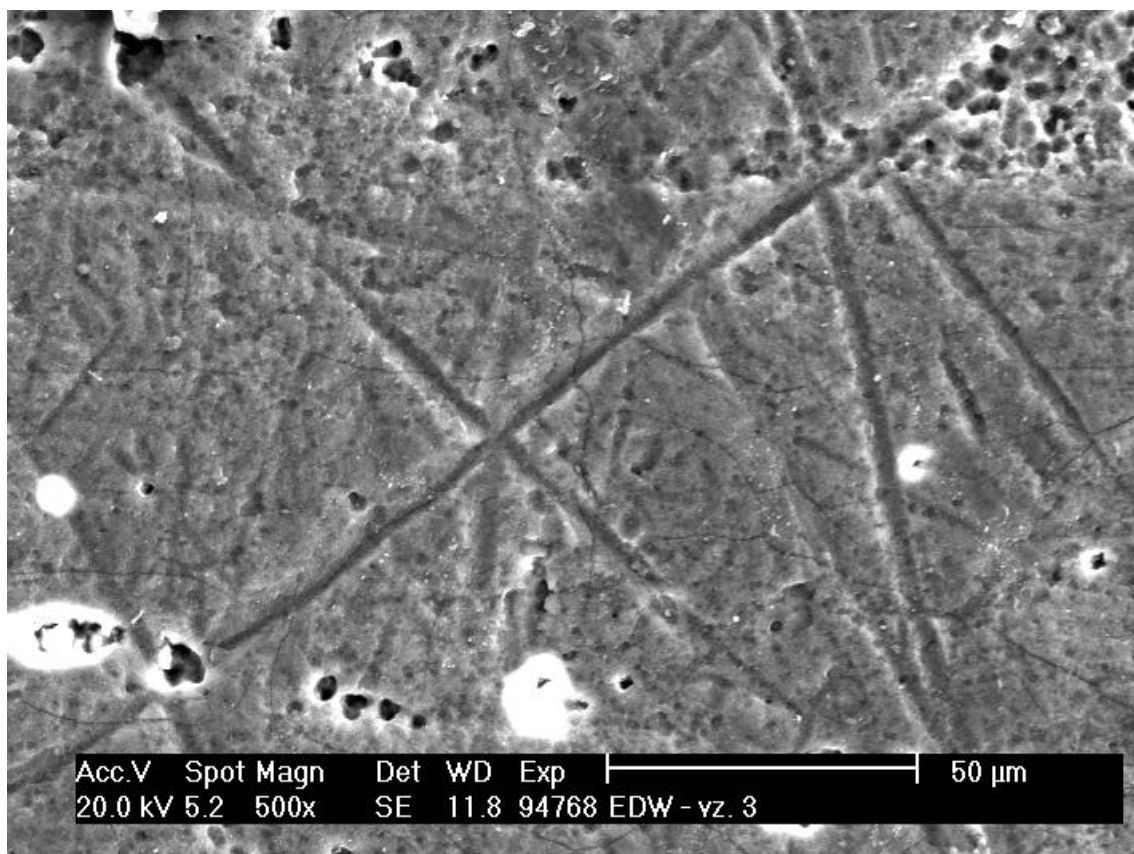
Povrch anodizovaného materiálu (REM)



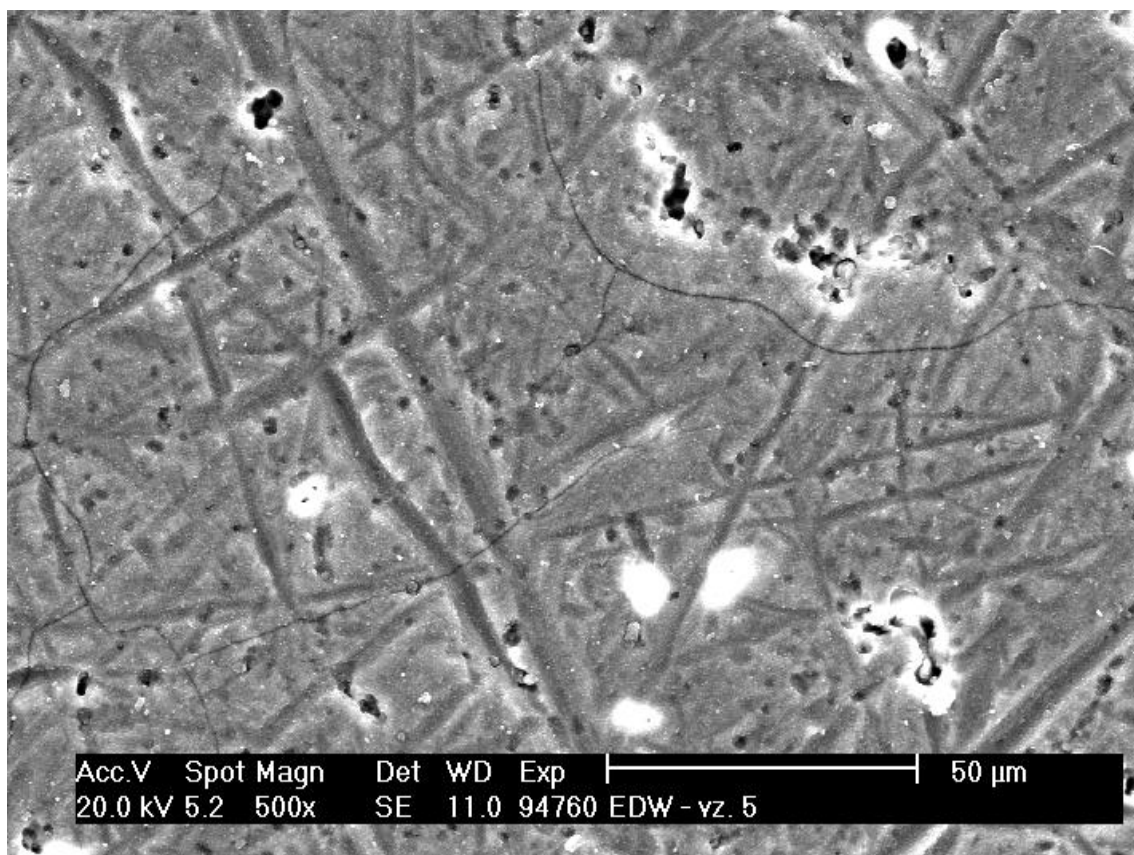
Obr. P2.1 Povrch anodizovaného materiálu A (99,999 hm.% Al) - zväčšenie 500x (REM).



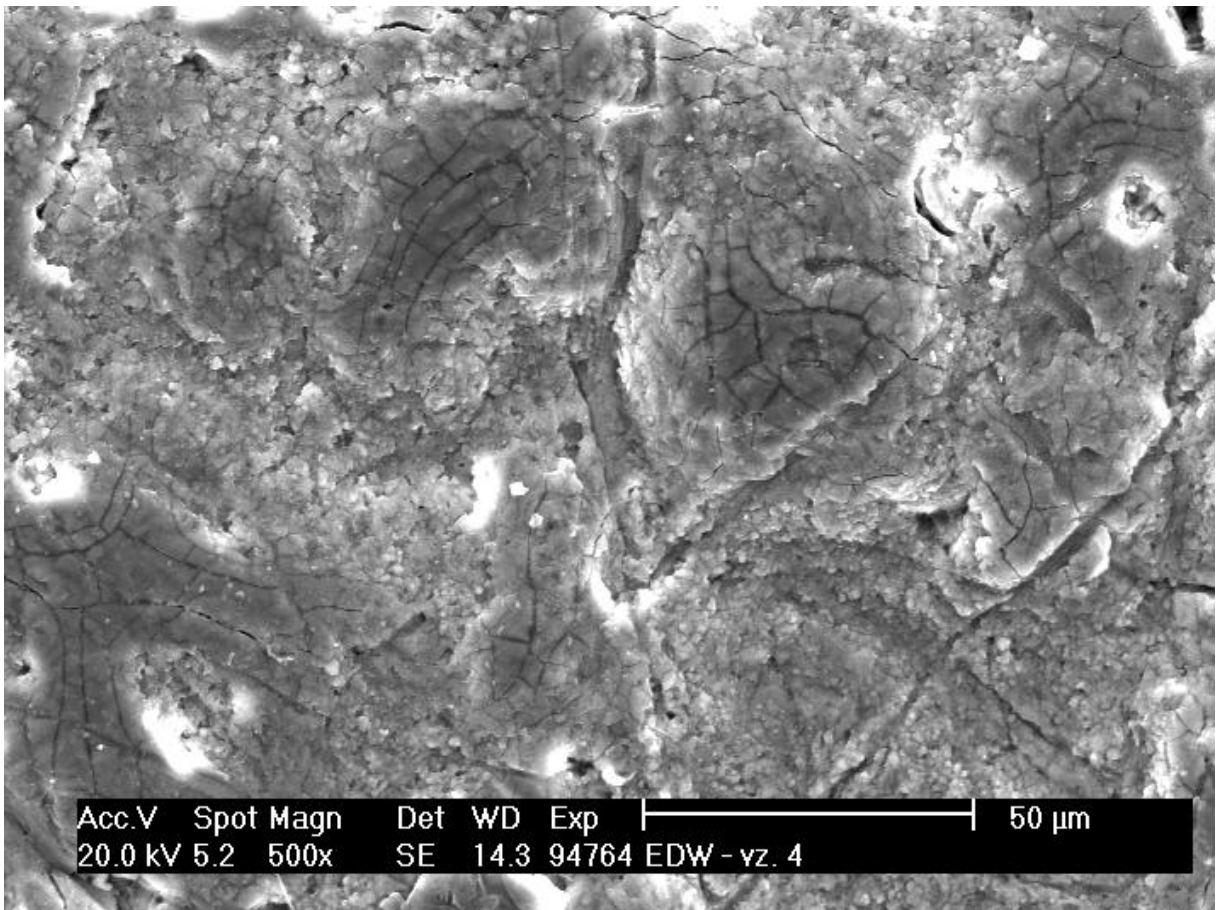
Obr. P2.2 Povrch anodizovaného materiálu B (99,5 hm.% Al) - zväčšenie 500x (REM).



Obr. P2.3 Povrch anodizovaného materiálu C (AlMg5) - zväčšenie 500x (REM).



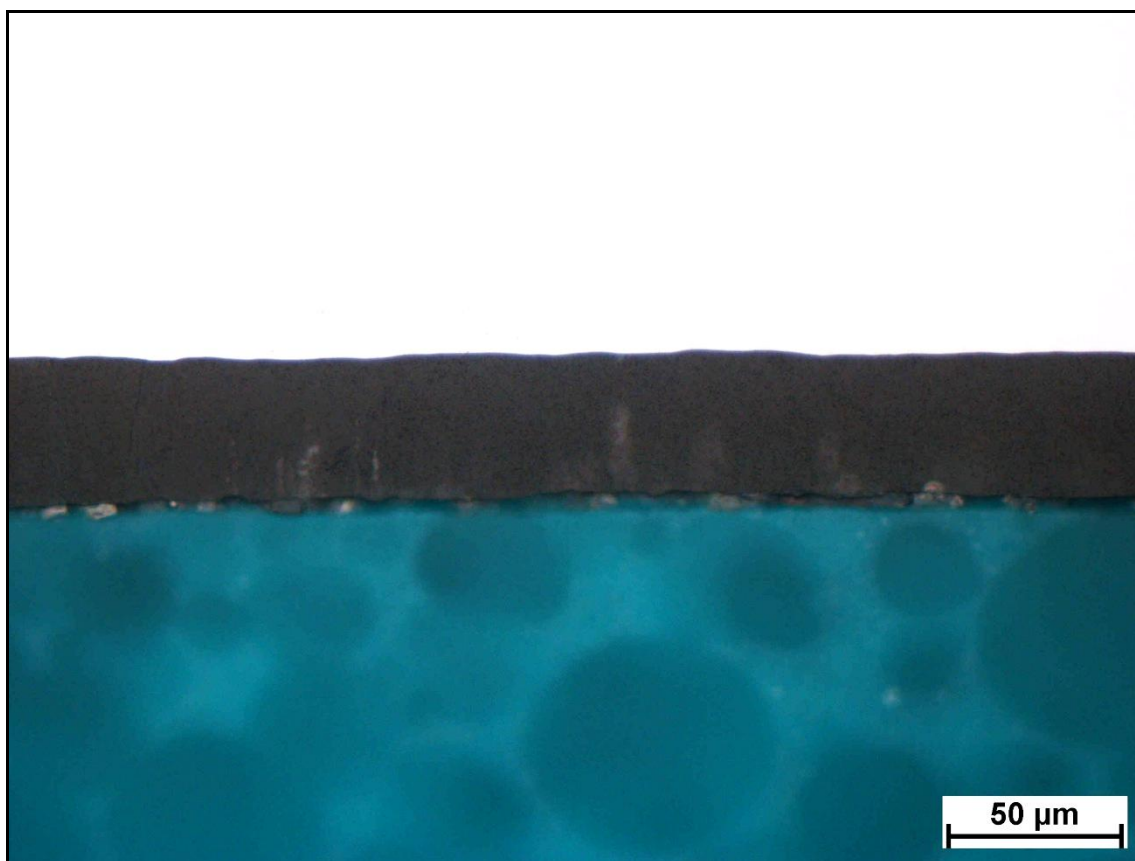
Obr. P2.4 Povrch anodizovaného materiálu D (Al slitina 6061) - zväčšenie 500x (REM).



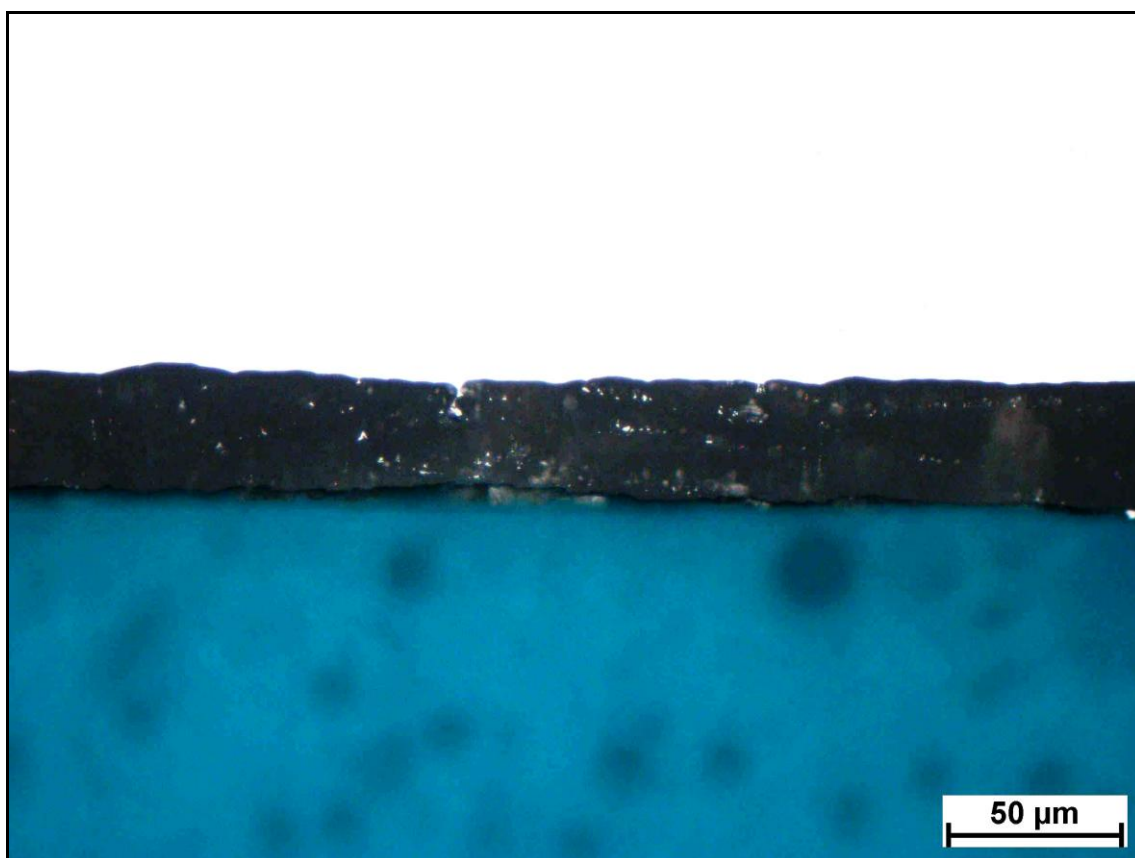
Obr. P2.5 Povrch anodizovaného materiálu E (AlSi9Cu3) - zvětšení 500x (REM).

Příloha 3

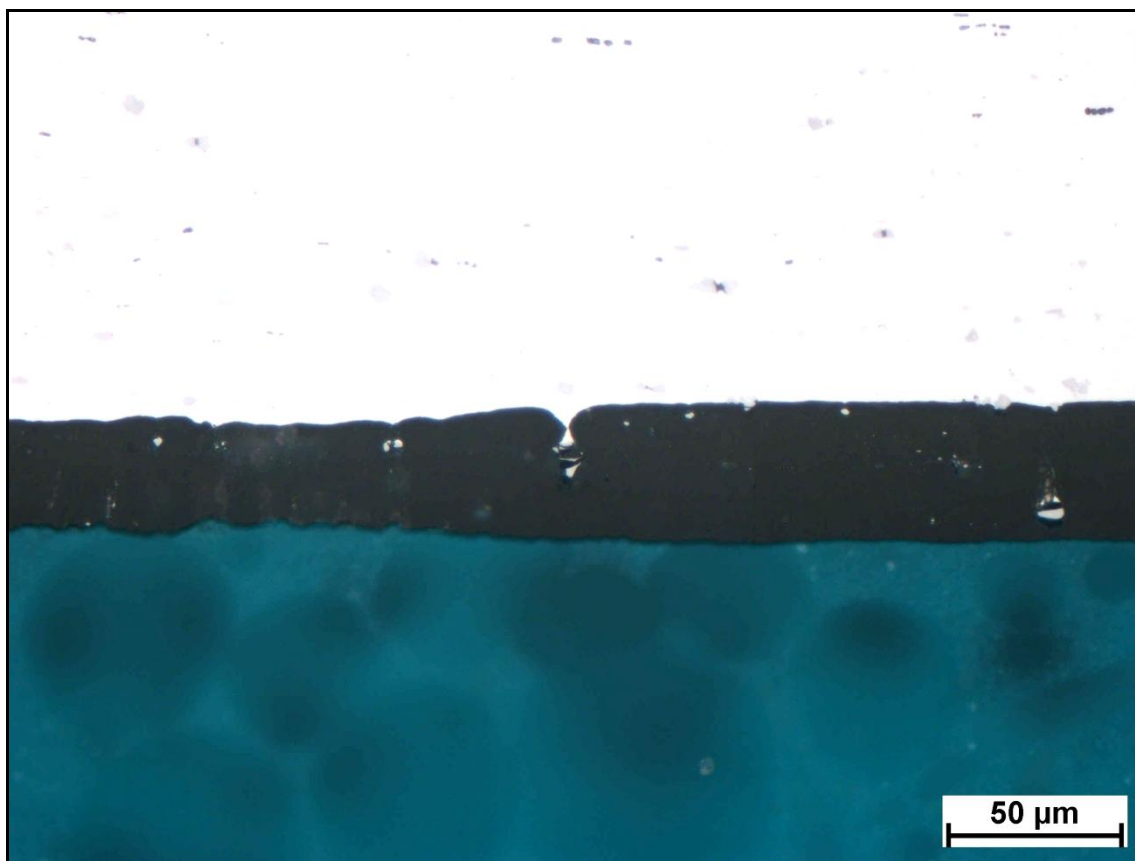
Vrstva oxidu po anodické oxidaci (SM)



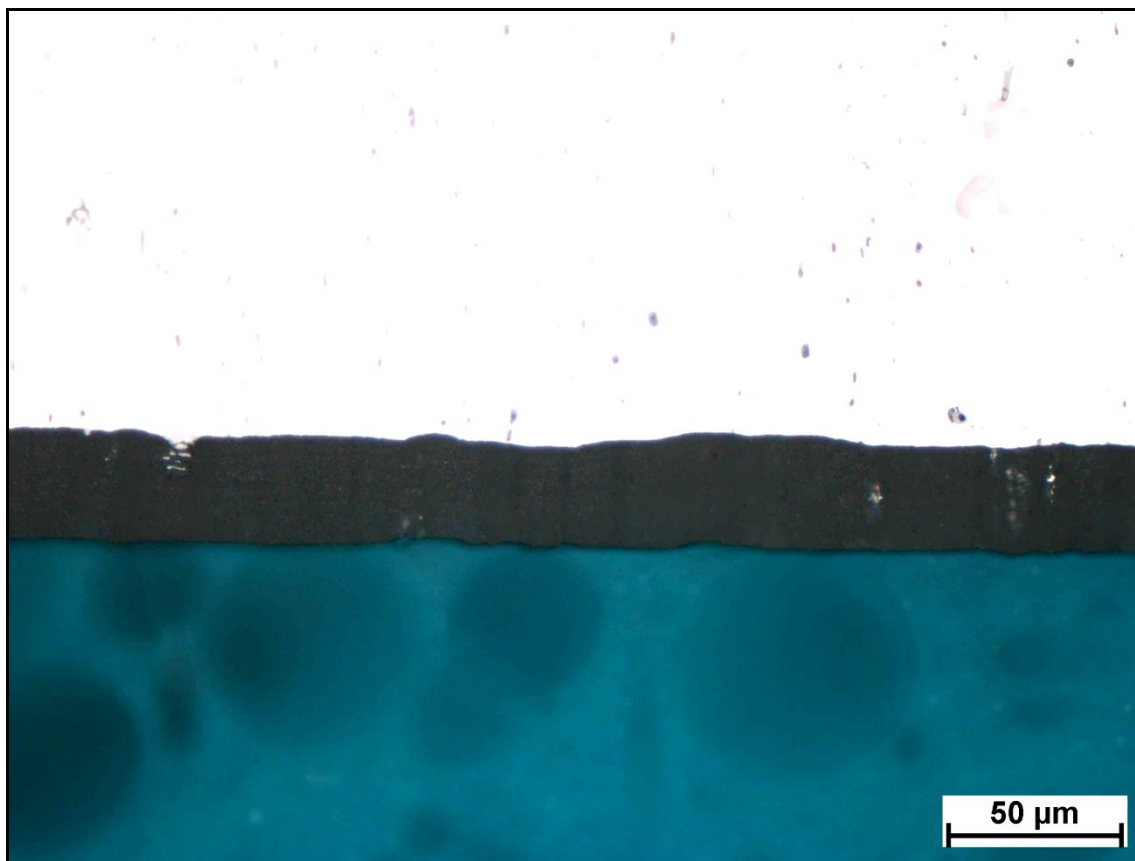
Obr. P3.1 Vrstva oxidu po anodické oxidaci materiál A (99,999 hm.% Al) - zvětšení 500x (SM).



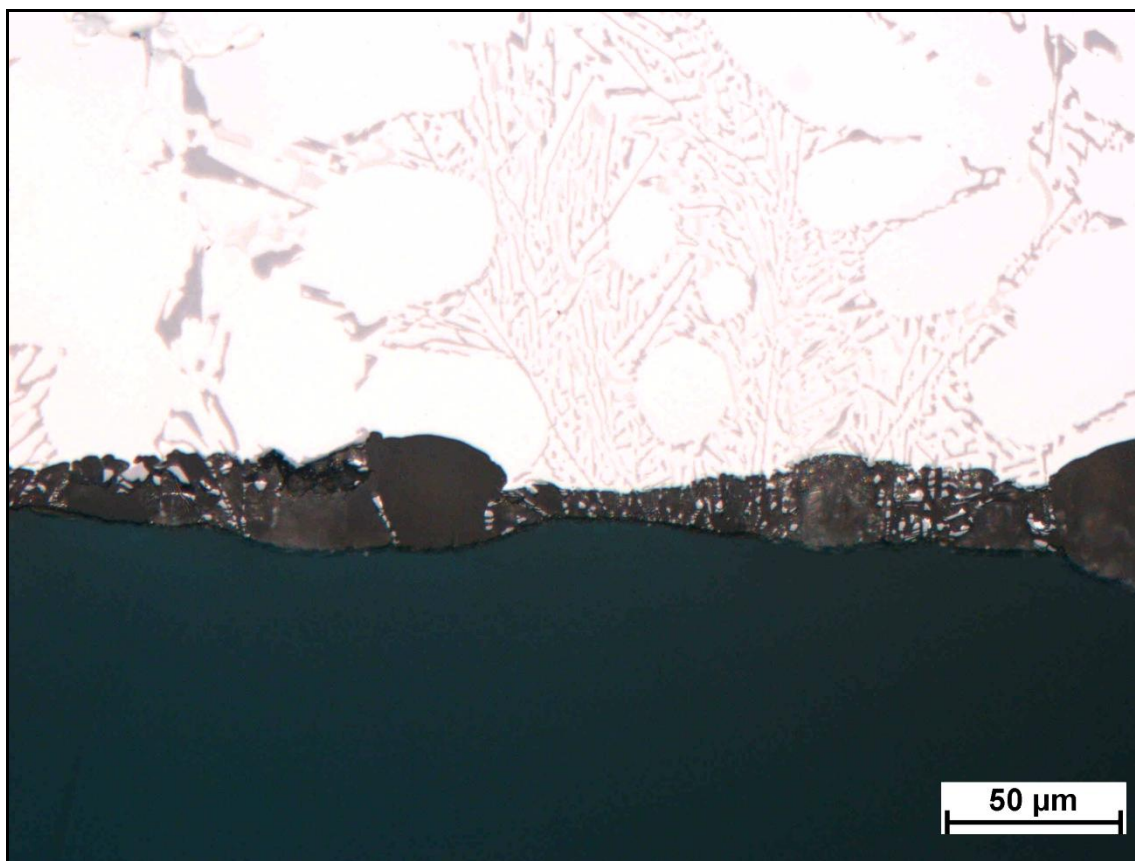
Obr. P3.2 Vrstva oxidu po anodické oxidaci materiál B (99,5 hm.% Al) - zvětšení 500x (SM).



Obr. P3.3 Vrstva oxidu po anodické oxidaci materiál C (AlMg5) - zvětšení 500x (SM).



Obr. P3.4 Vrstva oxidu po anodické oxidaci materiál D (Al slitina 6061) - zvětšení 500x (SM).



Obr. P3.5 Vrstva oxidu po anodické oxidaci materiál E (AlSi9Cu3) - zvětšení 500x (SM).