

**MENDELOVA UNIVERZITA V BRNĚ
AGRONOMICKÁ FAKULTA**

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BRNO 2016

TOMÁŠ NEJEDLÝ

Mendelova univerzita v Brně
Agronomická fakulta
Ústav techniky a automobilové dopravy



Využití metalografie ve strojírenství
bakalářská práce

Vedoucí práce:
Ing. Jiří Votava, Ph.D.

Vypracoval:
Tomáš Nejedlý

Brno 2016

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem práci: „Využití metalografie ve strojírenství“ vypracoval samostatně a veškeré použité prameny a informace uvádím v seznamu použité literatury. Souhlasím, aby moje práce byla zveřejněna v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách ve znění pozdějších předpisů a v souladu s platnou *Směrnicí o zveřejňování vysokoškolských závěrečných prací*.

Jsem si vědom, že se na moji práci vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, a že Mendelova univerzita v Brně má právo na uzavření licenční smlouvy a užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona.

Dále se zavazuji, že před sepsáním licenční smlouvy o využití díla jinou osobou (subjektem) si vyžádám písemné stanovisko univerzity, že předmětná licenční smlouva není v rozporu s oprávněnými zájmy univerzity, a zavazuji se uhradit případný příspěvek na úhradu nákladů spojených se vznikem díla, a to až do jejich skutečné výše.

V Brně dne:.....

.....

podpis

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych rád poděkoval Ing. Jiřímu Votavovi, Ph.D. za jeho odborné vedení, cenné rady a ochotu při konzultacích, které mi pomohly se zpracováním bakalářské práce.

ABSTRAKT

Bakalářská práce je zaměřena do oblasti použití praktické metalografie ve strojírenství. První část je věnována důkladné charakteristice technických materiálů, jejich chemickému složení a využití ve strojírenské praxi. Je zde rovněž popsána problematika vnitřních vad i praktické ukázky vnitřní mikrostruktury. Následující část je věnována postupné přípravě metalografických vzorků. Jednotlivé fáze jsou chronologicky seřazeny dle jejich podstaty. Širší část tohoto oddílu popisuje závěrečné metodiky přípravy metalografického preparátu. Jedná se o leštění a leptání. Zásadní vliv na kvalitu obrazu fázových struktur má právě chemické složení daného leptadla. V závěru bakalářské práce je rešeršně zpracována podstata světelné a elektronové mikroskopie. Jedná se o technologie analýzy obrazu, kdy na základě daného zvětšení lze stanovit makroskopické vady, ale rovněž i poruch krystalové mřížky.

Klíčová slova: metalografie, mikroskop, metalografický preparát, strojírenství, technické materiály

ABSTRACT

This thesis focuses on practical use of metallography in machine engineering. First part devotes to the technical material characteristics, their chemical composition and its application in machine engineering. This chapter also includes the issue of internal defects and practical demonstrations of internal microstructure. The following section describes the metallographic samples preparation. Phases are sorted chronologically according to their nature and technological process. Significant part of this chapter focuses on the final procedures of metallographic samples treatment, namely the polishing and etching. Major impact on phase structures image quality is the proper chemical composition of the etchant. Final part of the thesis describes the principle and nature of the light and electron microscopy. Based on the approach of image analysis the macroscopic but also lattice defects can be determined considering the selected magnification.

Key words: Metallography, microscope, metallographic samples, machine engineering, technical materials

OBSAH

1 ÚVOD	10
2 CÍL PRÁCE.....	11
3 VNITŘNÍ STAVBA KOVŮ	12
3.1 Krystalové struktury kovů	12
3.1.1 Chyby v krystalické mřížce.....	13
3.2 Překrystalizace čistého železa.....	13
4 KOVY	14
4.1 Oceli	14
4.1.1 Konstrukční oceli obvyklých jakostí	11
4.1.2 Konstrukční oceli ušlechtilé	12
4.1.3 Oceli na odlitky	14
4.2 Litiny	15
4.2.1 Litina s lupínkovým grafitem.....	15
4.2.2 Tvárná litina	16
4.2.3 Temperovaná litina	16
4.2 Neželezné kovy a jejich slitiny	17
4.2.1 Hliník a slitiny hliníku	17
4.2.4 Měď a slitiny mědi	18
5. PŘÍPRAVA METALOGRAFICKÝCH VZORKŮ	20
5.1 Odběr vzorku	20
5.2 Preparace vzorku.....	21
5.3 Broušení.....	22
5.4 Leštění	24
5.4.1 Mechanické leštění	24
5.4.2 Elektrolytické leštění	25
5.5 Leptání.....	26

5.5.1 Chemické leptání.....	26
5.5.2 Elektrolytické leptání.....	27
5.5.3 Tepelné leptání	27
6 VYHODNOCOVÁNÍ MIKROSTRUKTURY	28
6.1 Kvantitativní metalografie	28
6.2 Stanovení velikosti zrna.....	29
6.2.1 Srovnávací metoda	30
6.2.1 Metoda počítání zrn	30
6.3 Stanovení čistoty oceli.....	31
6.4 Zkouška mikrotvrdomosti dle Vickerse	32
6.5 Zkouška mikrotvrdomosti dle Knoop.....	33
7 SVĚTELNÁ MIKROSKOPIE	34
7.1 Zvětšení metalografického obrazu	34
7.2 Vady čoček	35
7.2.1 Vady monochromatického zobrazení	35
7.2.2 Chromatické vady.....	36
7.3 Optické metody zvýšení kontrastu	36
7.3.1 Světlé pole.....	36
7.3.2 Tmavé pole.....	37
7.3.3 Polarizované světlo	38
7.3.4 Fázový kontrast	39
8 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE.....	39
8.1 Elektronové záření a interakce elektronů se vzorkem.....	39
8.2 Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)	40
8.2.1 Osvětlovací soustava	41
8.3 Vznik kontrastu	42
8.4 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM).....	42

8.4.1 Hloubka ostrosti	44
9 ZÁVĚR.....	45
10 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	46
11 SEZNAM POUŽITÝCH OBRÁZKŮ	47

1 ÚVOD

Oceli a jejich slitiny jsou jedním z nejpoužívanějších materiálů v technické výrobě. Setkáváme se s nimi v každodenním životě. Jsou potřebné pro výrobu jednoduchých dílčích elementů až po výrobu složitých mechanismů. V současné technické praxi je využíváno značné množství technických materiálů, které postupně nahrazují konvenční oceli a litiny. Z toho důvodu je důležité tyto materiály nějakým způsobem třídit. Kovové materiály se dělí podle základního kovu (kovu, který je ve slitině obsažen hlavním podílem). Těmito základními prvky jsou železo, hliník, měď, nikl a další.

Každý kov a slitina má své specifické vlastnosti. Abychom mohli pozorovat vnitřní stavbu kovů a slitin, je nutné využít nejen světelné metalografie (která je omezena vlnovou délkou světla), ale především metalografie elektronové, kdy lze aplikovat ustálený tok elektronů pro analýzu stavby elementární buňky. Dílčí charakteristiky zkoumání vnitřní struktury materiálů podávají celkový obraz o vlastnostech a vzájemném vztahu mezi mechanickými vlastnostmi – strukturou – technologií. Úspěšné zvládnutí základů metalografie dává konstruktérům, technologům a všem, kteří se podílejí na výrobě součásti možnost ovlivňovat technologii výroby. Mohou volit vhodné konstrukční materiály a využívat jejich nejlepších vlastností, jeho technologické zpracování, nebo jeho životnost a volbu nových modernějších materiálů.

Metalografie je vědní obor, který lze aplikovat jak pro hodnocení vnějšího povrchu součásti (drsnost povrchu, povrchové vady, trhliny) tak převážně k analýze vnitřní mikrostruktury samotného materiálu. Jelikož se jedná o destruktivní zkoušku, je nutné vždy ze základního materiálu získat metalografický preparát. Kvalita metalografického preparátu je přímo závislá na výsledku celkové analýzy. Jednou ze základních veličin je rovinnost řezu i samotného metalografického výbrusu. Následným mechanickým broušením a leštěním je nutné dosáhnout optimálního povrchu, u kterého lze za pomoci leptadla vyvolat mikrostrukturu daného kovu. Tyto základní metalografické operace přípravy preparátu jsou totožné jak pro světelnou metalografii, tak pro elektronovou rastrovací mikroskopii. Výsledkem precizní přípravy metalografických vzorků je fotografická dokumentace jednotlivých fázových struktur.

2 CÍL PRÁCE

Cílem bakalářské práce je rešeršní zpracování problematiky metalografie technických materiálů používaných v současné technické praxi. Jelikož pro značnou část strojírenské výroby je stále nejčastějším materiálem ocel a její slitiny je nutné znát podstatu tohoto materiálu a jeho mechanické vlastnosti, které jsou přímo závislé na vnitřní mikrostruktuře. Z tohoto důvodu je bakalářská práce členěna do tří hlavních okruhů.

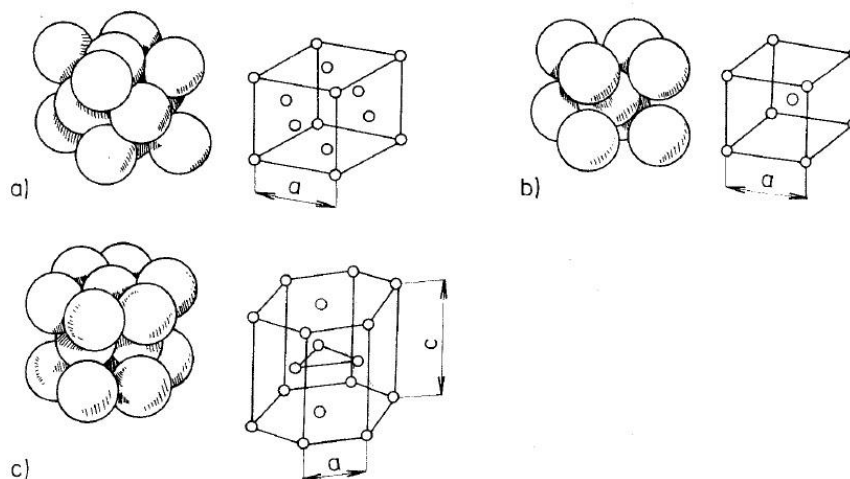
- Úvodní část je věnována popisu krystalové buňky a jednotlivým vadám, které tato krystalová buňka může obsahovat. Na tuto část navazuje přehled ocelí a litin, které se využívají ve strojírenské praxi.
- Druhou oblastí lze charakterizovat praktickou metalografii ve strojírenské praxi. Jedná se o detailní popis přípravy metalografických preparátů od prvotní operace broušení, až po finální naleptání samotné mikrostruktury kovu.
- Závěrečná část popisuje technologii analýzy obrazu pomocí mikroskopie. Jsou zde popsány dva způsoby sledování struktury. Jedná se o světelnou a elektronovou analýzu obrazu.

3 VNITŘNÍ STAVBA KOVŮ

Nejmenší částice hmoty, které již nejsou chemicky dále dělitelné, jsou atomy. Atomy určitého prvku jsou stejné, mají stejnou váhu a velikost. Každý atom se skládá z jádra a obalu. V jádru se nacházejí neutrálně nabitě částice nazývané elektrony a kladně nabitě protony. V obalu jsou záporně nabitě elektrony v takovém množství, kolik má jádro protonů. Všechny kovy jsou v tuhém stavu krystalické, protože atomy jsou pravidelně uspořádány v prostoru. Atomy kovů v tuhém stavu jsou pravidelně rozmístěny, jak v rovině, tak i v prostoru. Pokud spojíme jádra atomů, které jsou vedle sebe spojené myšlenými čarami, dostaneme geometrické těleso. Vzdálenost atomů u jednoho druhu kovu a při stejné teplotě je stejně velká. Při zvětšení teploty kovu a tepelném roztažení se vzdálenost mezi atomy v mřížce zvětšuje. (Ptáček, 2003)

3.1 Krystalové struktury kovů

Krystaly kovů s kovovou vazbou se vyznačují těsným uspořádáním atomů a vysoce zaplňují prostor atomy. Kvůli tomu jsou vyžadovány struktury o co největší souměrnosti. Krystalický útvar je vytvářen tak, že vnitřní síly řadí atomy a molekuly ve zcela přesném pořadí. Každý krystal má pravidelně uspořádány atomy a tato pravidelnost se projevuje i na pravidelnosti vnějšího tvaru. Atomy jsou uspořádány pomocí krystalové mřížky. (Pluhař a kol., 1989)



Obr. 1 Základní krystalové buňky nejčastějších mřížek kovů (www.mog.wz.cz/fyzika/)

a) vakantní místo; b) cizí atom v mezi mřížkové poloze; c) cizí atom nahrazuje atom mřížky

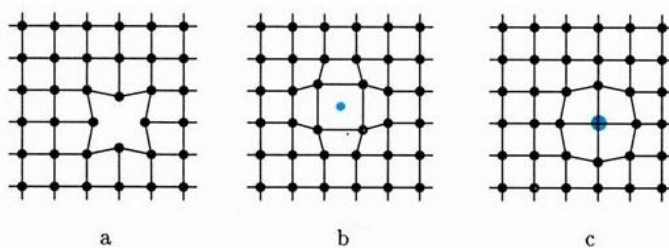
Krystalový element, který má celkem 14 atomů a z toho 8 v rozích a 6 ve středu stěn krychle, se nazývá plošně středěná mřížka (obr. 1a). Jedné elementární buňce náleží celkově pouze 4 atomy. Tyto atomy v jedné krychlové mřížce ve skutečnosti nejsou celé, protože atomy krychlové mřížky jsou společné se sousedící krychlovou mřížkou. Skutečný počet atomů v krychlové plošně středěné mřížce obsahuje tedy 4 atomy.

Jiné kovy mají krystalovou mřížku (obr. 1b) vyplněnou 8 atomy na rozích krychle a jedním atomem uprostřed krychle. Tento element se skládá z 9 atomů. Taková mřížka se nazývá prostorově středěná mřížka a samostatně má pouze 2 atomy. Mřížka s tímto krystalovým elementem je méně vyplněna atomy než u kovu s krystalovým elementem plošně středěným.

Dalším druhem možné krystalizace je šesterečná mřížka. Má tvar šestibokého jehlanu, kde 12 atomů je umístěno v rozích, 2 atomy jsou ve středech obou základů a tři leží uvnitř elementární buňky. Skládá se tedy celkově ze 17 atomů (obr. 1c). Ve skutečnosti jí jako samostatné mřížce patří pouze 6 atomů. (Hluchý a kol., 2002)

3.1.1 Chyby v krystalické mřížce

Nejdůležitější mřížkové poruchy jsou poruchy bodové a čárové. U bodových poruch jsou některá místa v uzlových bodech základní mřížky neobsazena čili vakantní, nebo jsou obsazena atomy cizích prvků (Obr. 2). Tyto vady jsou ovlivňovány silami, kterými na sebe vzájemně působí sousední atomy mřížky. Čárová porucha je nadbytečná vrstva atomů. Této poruše se říká dislokace. Dislokace je definována jako rozhraní mezi posunutou a neposunutou částí krystalu. (Pluhař a kol., 1989)

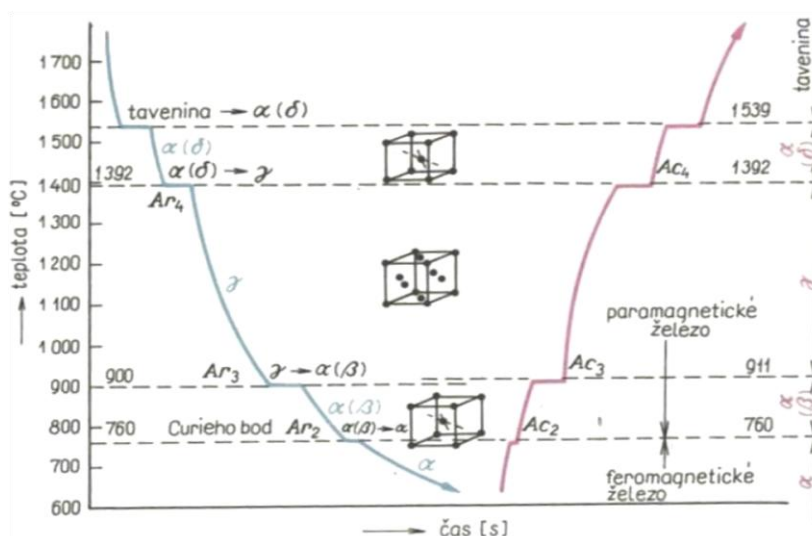


Obr. 2 Poruchy krystalové mřížky (<http://mog.wz.cz/fyzika>)

3.2 Překrystalizace čistého železa

Pomocí křivky tuhnutí (obr. 3) můžeme stanovit teplotu tuhnutí a teploty překrystalizace železa v tuhém stavu. Při tuhnutí vzniká železo δ , a to při teplotě 1538 °C, jež krystaluje do prostorově středěné krychle. Při 1400 °C železo překrystalizuje ze stavu δ do stavu γ a to do

krychle plošně středěné. Po dosažení 898 °C dochází k další překrytalizaci železa. Železo γ se mění na železo α a jeho krychle je opět prostorově středěná. V rozmezí teplot 909 až 769 °C je železo nemagnetické. Změna magnetických vlastností se projevuje na křivce ohřevu určitou prodlevou, kterou označujeme jako Curieův bod. Železo je tedy polymorfní kov, který má dvě odlišné modifikace. (Hluchý a kol., 2002)



Obr. 3 křivka chladnutí čistého železa (www.strojnilyceum.wz.cz)

4 KOVY

Kovy jsou chemické prvky, které mají zvláštní lesk známý jako kovový. Jsou dobrými vodiči tepla a elektřiny. Mají malou propustnost světla. Prvky, které se nedají v přírodě přesně definovat, jako kovy, nebo nekovy se zovu metaloidy.

4.1 Oceli

Ocel je slitina železa a uhlíku s přidáním legujících prvků. Obsah uhlíku v oceli je pod hranicí 2,14 %. Přidávané legované prvky do oceli jsou například tyto: Cr, W, Mo, V, Ni. Vysoce legované oceli mohou obsahovat přes 30 % legujících přísad. Díky své kujnosti může být ocel tvářena, např. kována, válcována a ohýbána. Struktura slitiny železa s uhlíkem má několik základních složek od feritu až po cementit a grafit. Struktury těchto složek (perlit, martenzit) určují v závislosti na skladbě a jemnosti struktury vlastnosti oceli. Nelegované i legované oceli se dělí do skupin podle ušlechtilosti.

Pro usnadnění volby nejvhodnějšího materiálu byly vypracovány materiálové normy. Každý materiál má vlastní materiálový list. Materiálový list obsahuje všechny informace, které danou ocel charakterizují a údaje pro tepelné zpracování. Materiálové listy pro dané oceli spadají pod technické normy a dají se koupit. Ve světě existuje velké množství (několik

tisíc) různých ocelí. Jejich specifické vlastnosti jsou získávány podle množství obsahu uhlíku a různého množství legujících prvků v kombinaci se železem. Vlastnosti jednotlivých druhů ocelí jsou uváděny v materiálových listech. Počet normovaných ocelí se neustále mění. (Dillinger, 2007)

Tab. 1 Rozdělení ocelí (Mohyla 2006)

druh oceli	bližší údaje	třída oceli
oceli obvyklých jakostí	bez záruky složení	třída 10
	zaručuje se max. obsah C, P, S	třída 11
ušlechtilé oceli	uhlíkové na cementování, zušlechťování a pružinové	třída 12
	slitinové	třída 13 až 16
	slitinové s velkým obsahem přísadových prvků	třída 17
nástrojové oceli	uhlíkové	třída 19
	slitinové	
	rychlořezné	

4.1.1 Konstrukční oceli obvyklých jakostí

Do této skupiny se řadí oceli tříd 10 a 11, které se vyrábějí z levnějších surovin a levným zpracováním. Oceli se vyznačují nízkou čistotou a mají v menší míře definované mechanické a technologické vlastnosti.

- **Oceli třídy 10**

Jedná se o nejlevnější oceli, které se používají pro hromadnou spotřebu. Chemické složení u těchto ocelí se nezaručuje. Obsah uhlíku u těchto ocelí je velmi nízký. Vzhledem k nízkému množství uhlíku je většina ocelí dobře obrobitelná a svařitelná a dále se zaručuje mez kluzu v tahu a minimální hodnota pevnosti v tahu.

Oceli této třídy se nejčastěji dodávají, jako za tepla zpracované dráty, plechy a profily bez dalšího tepelného zpracování. Nejlevnější oceli třídy 10 podle ČSN 10 000 a 10 004, u nichž se udává pouze maximální pevnost v tahu a ostatní hodnoty se nezaručují, se používá pro nejméně namáhané stavební a strojní použití. Nejdůležitější skupinu této třídy tvoří konstrukční oceli s pevností v tahu od 340 do 750 MPa. Z této oceli se zhotovují hřebíky, šrouby, nýty, plechy, lodní a mostní konstrukce. Jedná se o ocele dobře svařitelné a tvárné. Nejpevnější oceli této třídy (pevnost 500 až 800 MPa) se zvýšeným obsahem uhlíku a manganu se používají pro výrobu výhybek a kolejnic. (Pluhař a kol., 1989)

- **Oceli třídy 11**

Oceli této třídy mají danou čistotu (obsah P, S), předepsanou mez pevnosti v tahu, mez kluzu, tažnost a horní hranici obsahu uhlíku. Jsou vyráběny s obsahem uhlíku do 0,65 %.

Se vzrůstajícím obsahem uhlíku v oceli stoupá její tvrdost a odolnost proti opotřebení. Bohužel klesá tažnost, houževnatost a tvárnost.

Nejměkčí oceli do 0,1% C se hodí ke tváření za studena. Pevnost těchto ocelí začíná na 280 MPa. Může to být například ocel 11 300. Vyrábějí se z nich výlisky, nádrže a vany.

Oceli s obsahem uhlíku do 0,24% jsou většinou zaručeně svařitelné a dobře tvárné za studena i za tepla. Vyrábějí se z nich výkovky, výlisky a výtažky.

Oceli s obsahem uhlíku nad 0,3% (11 500 až 11 800) jsou nejrozšířenějšími oceli pro strojní součásti, které jsou namáhány staticky a dynamicky. Tyto oceli můžeme ještě zušlechtit a tím zvětšit jejich pevnost na 700 až 900 MPa. Jejich prokalitelnost je ovšem maximálně do 30 mm. Používají se na svorníky, čepy, hřídele, ozubená kola, klíny a další strojní části, které jsou vystaveny větším měrným tlakům.

Zajímavou skupinou ocelí třídy 11 jsou automatové oceli. Jsou to oceli lehce obrobitelné. Vyráběny jsou v několika druzích s pevností v tahu 500 až 900 MPa. (*Mohyla, 2003*)

4.1.2 Konstrukční oceli ušlechtilé

- **Oceli třídy 12**

Oceli třídy 12 mají oproti třídám 10 a 11 nižší obsah fosforu a síry. Vyšší čistotu a lépe definované vlastnosti. Obsah uhlíku je v rozmezí 0,06 až 0,9 %. Jsou to oceli nelegované. Podle tepelného zpracování se používají na různé strojní součásti.

Oceli k cementování s nižším obsahem uhlíku používáme k výrobě čepů, vidlic, řetězových kol apod. S vyšším obsahem uhlíku a s větší pevností v jádře se používají například k výrobě vodítek.

Oceli k zušlechťování s obsahem uhlíku 0,2 až 0,6 % jsou prokalitelné až do 40 mm a dosahují vysoké pevnosti v tahu až 1200 MPa. Požívají se například na klikové hřídele, lisy, vřetena a ozubená kola.

Oceli k povrchovému kalení jsou oceli s obsahem uhlíku 0,4 až 0,6 % a zaručují vysokou tvrdost na povrchu. Používají se na šoupátka, kladky, vahadla, čelisti, ozubená kola a jiné.

- **Oceli tříd 13 – 16**

Jedná se o oceli, které mají oproti třídám 10 a 11 lepší a rovnoměrnější vlastnosti, vyšší čistotu a zaručené chemické složení. Optimálních vlastností těchto ocelí se dosahuje

legováním, tepelným, a pokud je třeba, tak i dalším zpracováním. Díky tomu jsou oceli těchto tříd kvalitnější a mají různé specifické vlastnosti pro danou třídu. Maximální množství použitých legujících prvků je 6 %.

Uhlík hraje významnou roli u ocelí. Proto je lze rozdělit na oceli vhodné pro cementování s malým množstvím uhlíku do 0,25 % a s vyšším obsahem uhlíku nad 0,35 %, které jsou vhodné pro zušlechťování. (Mohyla, 2003)

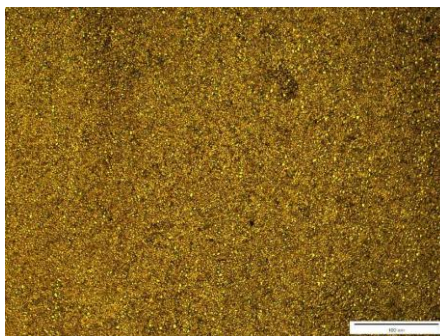
Různým tepelným zpracováním, jako je cementování, zušlechťování, povrchové kalení, nitridování, a přidáváním legujících prvků získáváme různé typy ocelí se specifickými vlastnostmi. Tyto oceli jsou určeny například pro ojnice, které jsou zušlechťovány a je potřeba vysoká pevnost a houževnatost, zalomené hřídele, které jsou zušlechťovány a povrchově kaleny, nebo vačkové hřídele, které vyžadují vysokou tvrdost a nízké opotřebení, a proto jsou cementovány. (Pluhař a kol., 1989)

- **Oceli třídy 17**

Tyto oceli jsou více legované než oceli předešlých tříd. Hodnota obsahu legujících prvků u těchto ocelí dosahuje 10 %. Tento druh ocelí má speciální vlastnosti, jako jsou žárupevnost, žáruvzdornost, korozivzdornost, zvýšená houževnatost za nízkých teplot, snížené opotřebení a pod. Spotřeba oproti ostatním ocelím je velmi malá. Jsou však velmi významné a závisí na nich technické parametry strojů. (Hluchý a Kolouch, 2007)

- **Oceli třídy 19**

Oceli této třídy se nazývají nástrojové. Jsou používány na obrábění, řezání, stříhání, tváření, k výrobě měřidel a podobně. Na materiály pro výrobu těchto nástrojů jsou kladeny vysoké požadavky. Na obr. 4 je mikrostruktura oceli W.Nr.1.2843 (ČSN 19 312). Struktura je zvětšena 250x a je po tepelném zpracování. Vidíme zde jemně rozptýlené globulární karbidy. Jedná se o jednu z nejpoužívanějších nástrojových ocelí.



Obr. 4 mikrostruktura oceli W.Nr.1.2843 (www.svanda.webz.cz)

Nástrojové oceli nabývají žadoucích vlastností tepelným zpracováním a jsou rozděleny podle pracovních teplot nástrojů na oceli pro práci za studena, pro práci za tepla a rychlořezné oceli.

U nástrojových ocelí pro práci za studena by teplota neměla přesáhnout 200 °C. Tato ocel se většinou používá pro výrobu průstřížníků a průstřížnic, břitových lišt nůžek, nástrojů pro hluboké tažení a forem pro tváření plastů.

Nástrojové oceli pro práci za tepla mohou překročit teplotu 200 °C. Tato ocel se tedy používá hlavně pro protlačování za tepla, formy pro tlakové lití neželezných kovů a kovacích zápustek.

Rychlořezné oceli se používají na nástroje třískového obrábění a tváření za tepla do teploty 600 °C. (*Dillinger, 2007*)

4.1.3 Oceli na odlitky

Podle označování tvoří oceli na odlitky samostatnou třídu 42. Podmínky pro oceli na odlitky uvádí norma ČSN EN 1559-2. U ocelí na odlitky hraje velkou roli průběh tuhnutí. Zejména rychlost odvodu tepla může změnit vlastnosti materiálu. Vzhledem k tomu, že různé prvky mají odlišnou rozpustnost, v odlitku vzniká heterogenita.

Tyto oceli rozdělujeme na dva základní druhy. Nelegované oceli na odlitky a legované oceli na odlitky.

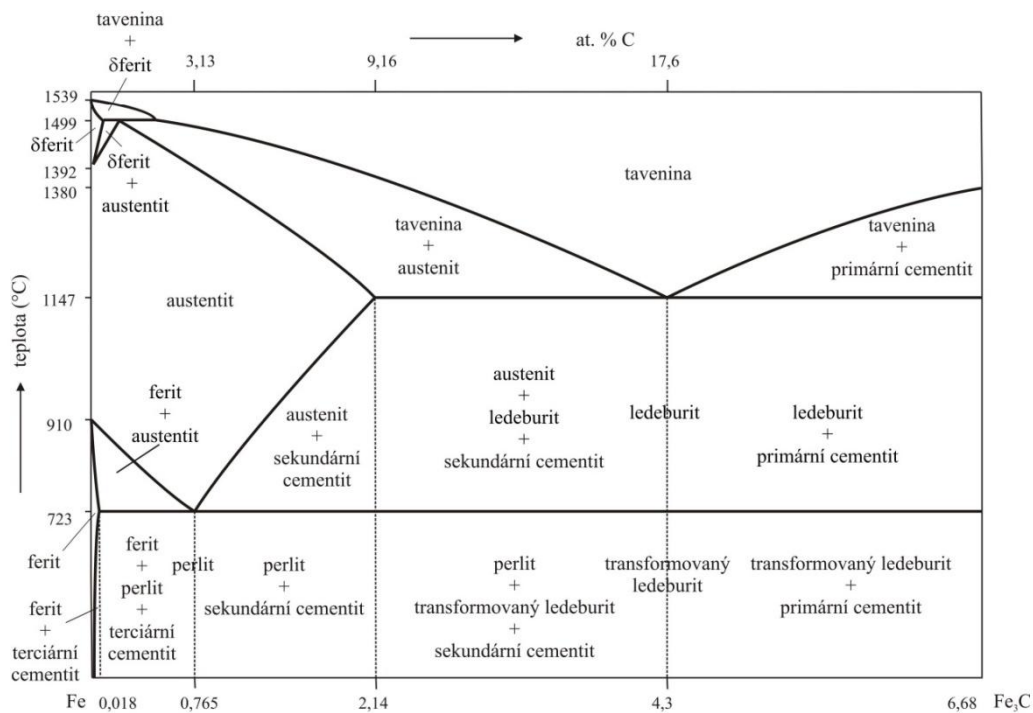
Nelegované oceli obsahují nejčastěji do 0,5 % C, s obsahem uhlíku vyšším než 0,6 % se téměř nevyrábějí. U těchto ocelí se často požaduje dobrá svařitelnost, která má stejné podmínky jako u konstrukčních ocelí. Oceli tohoto typu nejsou ekonomicky velmi výhodné. Nahrazují se šedou litinou s kuličkovým grafitem. Jsou používány na součásti elektrických strojů, ložiska vozidel, armatury a součásti turbín do teploty 450 °C.

Legované oceli na odlitky s nižším obsahem legujících prvků obsahují Cr, W, V, Mo, Ni, Si a Co. Jsou dodávány ve stavu po ohřevu a následně popouštěny na 680 až 720 °C. Strukturu tvoří jemnozrný ferit a karbidy, které jsou vyloučeny. Dobře odolávají teplotám do 450 °C, otěru a jsou používány na namáhaná ozubená kola, armatury, součásti parních kotlů a turbín. (*Ptáček, 2002*)

Legované oceli na odlitky s vyšším obsahem legujících prvků jsou legovány především chromem a to od 12 až do 27 %, niklem a jinými legujícími prvky. Vysokolegované oceli jsou kalitelné na vzduchu a poté se popouští. Tyto odlitky mají shodné vlastnosti a použití s oceli z třídy 17 a v konstrukci se mezi sebou kombinují. (*Hluchý a Kolouch, 2007*)

4.2 Litiny

Litiny jsou slitiny železa s uhlíkem, křemíkem, manganem a dalšími prvky, přičemž množství uhlíku je větší než 2,14 %. Vyrábějí se roztavením surového železa, litinových a ocelových odpadů a vratných materiálů ze slévárny smíchaných s dalšími prvky v kuplovně. V litinách podle rovnovážného diagramu (obr. 5) vzniká buď ledeburit nebo grafitové eutektikum v závislosti na chemickém složení a rychlosti tuhnutí. Podle vyloučeného eutektika se rozlišují na bílé tuhnoucí litiny, které mají bílý lom a na grafitické tuhnoucí litiny, které mají šedý lom. Jednou z nejužívanějších litin je litina šedá pro svoji nízkou cenu, a své slévárenské a mechanické vlastnosti. (Dillinger, 2007)

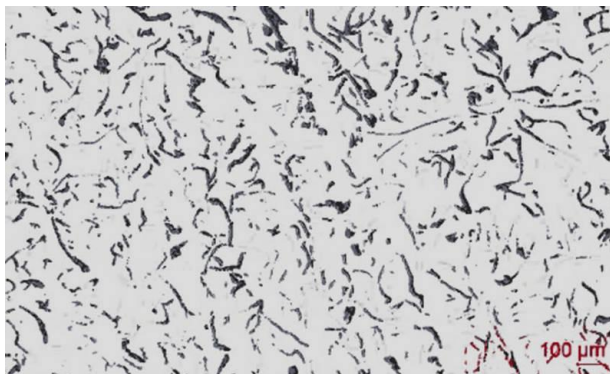


Obr. 5 rovnovážný diagram železo - uhlík (www.fyzika.upol.cz)

4.2.1 Litina s lupínkovým grafitem

Obsah uhlíku v šedé litině se většinou pohybuje v rozmezí 2,5 až 3,5 % a způsobuje dobrou slévatelnost. Černý měkký grafit ve světlé feriticko-perlitické základní struktuře, který je ve formě lupínků, způsobuje dobré kluzné vlastnosti, snadnou obrobitelnost a schopnost tlumit vibrace. Vlastnosti litin se určují podle jejich struktur, která se vytváří během krystalizace a překrystalizace podle stabilní soustavy rovnovážného diagramu Fe-C. Velmi důležitou přísadou je křemík, který podporuje rozpad eutektického i eutektoidního cementitu. Čím vyšší je obsah křemíku v litině, tím se zvyšuje podíl grafitu v matici. Výsledná matrice po ochlazení je feritická, perlitická, nebo kombinovaná. Pevnost šedé litiny v tahu je snížena

lupínky grafitu, protože při zatížení působí jako vnitřní vruby a tím vznikají špičky napětí, které mohou materiál místně přivést k tečení a tím snížit jeho pevnost. Šedá litina má asi čtyřikrát lepší pevnost v tlaku a používá například na armatury, radiátory, v automobilovém a stavebním průmyslu. (Ptáček, 2002)

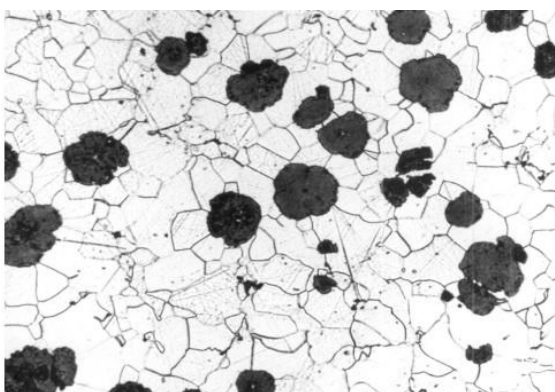


Obr. 6 Litina s grafitem ve formě lupínků (www.esterer-giesserei.de)

4.2.2 Tvárná litina

Obsah uhlíku v této litině je zhruba 3,2 až 4 %. Oproti šedé litině s lupínkovým grafitem jsou zde větší obsahy uhlíku i křemíku. U tvárné litiny je grafit v základní struktuře uložen ve tvaru kuliček (obr. 7). Zrnitý grafit vzniká očkováním taveniny hořčíkem. Očkovány jsou obvykle předslitiny. Poté se provádí ještě očkování ferosiliciem. Tvární litina je buď feritická, nebo perlitická. Kuličkovým tvarem vyvolává grafit pouze malý vrubový účinek.

U této litiny se proto dosahuje dobré tažnosti a vyšší pevnosti v tahu (až 650 MPa) než u litiny s lupínkovým grafitem. Je to velmi důležitý konstrukční materiál a používá se pro součásti, které vyžadují vysokou pevnost a tažnost. Jedná se například o ojnice, ložiskové skříně, válce, písty, vačkové a klikové hřídele. (Dillinger, 2007)



Obr. 7 Litina s uhlíkem ve tvaru kuliček (*vlastní archiv*)

4.2.3 Temperovaná litina

Temperovaná litina je houževnatý s snadno obrobitelný materiál. Obsah uhlíku zde bývá v rozmezí 2,2 až 3,2 %. Vyrábí se z podeutektické bílé litiny temperováním v temperovacích

pecích. Temperování je tepelné zpracování žháním, kde dojde k rozkladu ledeburického cementitu bílé litiny na železo a grafit. Temperované litiny se rozdělují podle tepelného zpracování a převládající kovové hmoty na temperované litiny feritické, které mají černý lom a na litiny perlitické s bílým lomem. Z temperované litiny se odlévají tenkostěnné odlitky. Používá se k výrobě středně namáhaných součástí pro automobily, na ojnice, řadící vidlice, zemědělské stroje, lokomotivy apod. (Hluchý a Kolouch, 2007)

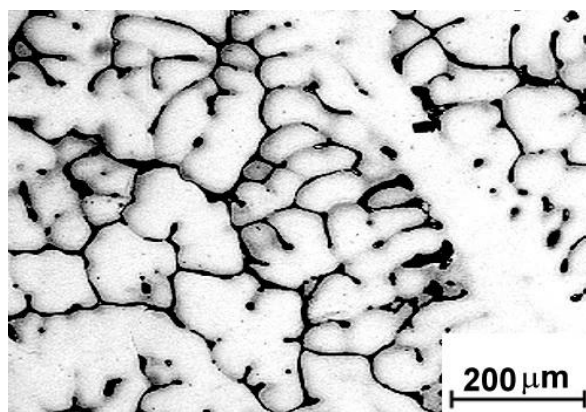
4.2 Neželezné kovy a jejich slitiny

Neželezné kovy jsou všechny čisté kovy kromě železa a slitiny bez převažujícího obsahu železa. Čisté kovy jsou poměrně měkké, proto se většinou legují, aby mohli být použity jako konstrukční materiály. Mají nepostradatelné vlastnosti, jako jsou elektrická a tepelná vodivost, magnetické vlastnosti, nízká hmotnost a výhodné třecí vlastnosti. Podle hustoty se tyto kovy dělí na lehké kovy a těžké kovy. Neželezné kovy se označují podle normy ČSN 42 0055. (Mohyla, 2003)

4.2.1 Hliník a slitiny hliníku

Hliník je nepolymorfní kov s měrnou hmotností $2,702 \times 10^{-3} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ a teplotou tání $660 \text{ }^\circ\text{C}$. Čistý hliník se používá pro svou dobrou elektrickou vodivost pro venkovní elektrická vedení. Mezi nejčastější přísady s hliníkem patří měď, mangan, hořčík a křemík. Měď zvyšuje pevnost a tvrdost litiny, ale zhoršuje její tvárnost.

Slitiny Al - Mg, Al - Mg - Si, Al - Mn mají dobrou odolnost proti korozi, ale nejdou tepelným zpracováním vytvrdit až na slitiny Al-Mg-Si, které vytvrdit lze a které se používají v letectví. Všechny slitiny jsou dobré pro tváření a svařování.



Obr. 8 struktura duralu s dendrity α , v mezi dendritických oblastech fáze CuAl_2

(www. <http://old.vscht.cz>)

Slitiny hliníku a mědi jsou jedním z nejpoužívanějších v této skupině. Jedná se o duraly, například AlCu4Mg (obr. 5). Dosahují velké pevnosti po vytvrzení až 530 MPa, ale je možné je používat jen do pracovních teplot kolem 50 °C. Ovšem duraly se zvýšeným obsahem hořčíku anebo přidavkem niklu se používají do 200 až 300 °C.

Hliník se také používá pro slitiny na odlitky, které jsou většinou legovány křemíkem, který zlepšuje zatékání do forem. Slitiny hliníku se používají zejména tam, kde je potřeba snížit hmotnost a přitom zachovat pevnost a mechanické vlastnosti, jako je automobilový a letecký průmysl. (Ptáček, 2002)

4.2.4 Měď a slitiny mědi

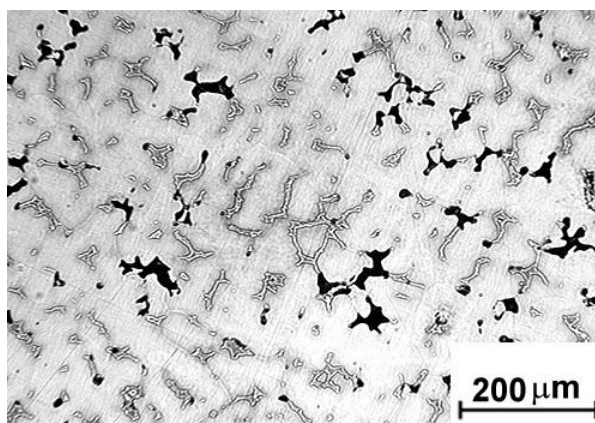
Měď je nepolymorfní kov s měrnou hmotností $8,9 \times 10^{-3} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, teplotou tavení 1083 °C a skvělou tepelnou a elektrickou vodivostí. Měď je při normální teplotě velmi dobře tvárná a houževnatá, ale se vzrůstající teplotou se snižuje její pevnost. Během tváření za studena se měď zpevňuje. Slitiny mědi se nejčastěji rozdělují na mosazi a bronzы.

(Dillinger, 2007)

- **Mosazi**

Mosazi jsou slitiny mědi se zinkem. V závislosti na složení jsou velmi pevné a odolné proti otěru a korozi. Primární krystalizace se děje tak, že se vylučují krystaly α . Pro technickou praxi se používají mosazi s obsahem 58 % Cu. S menším obsahem Cu jsou mosazi velmi křehké a tvrdé.

Mosazi pro tváření obsahují 5 až 42 % zinku a mohou být homogenní, nebo heterogenní. Dodávají se jako dráty, tyče, pásy, plechy a podobně. Z těchto polotovarů se vyrábějí výrobky obráběním či tvářením. Mosaze s obsahem mědi nad 80 % se nazývají tombaky. Mají dobrou odolnost proti korozi a výbornou tvárnost za studena. Používají se v elektrotechnice, pro přístroje na měření tlaku, membrány a síta.



Obr. 9 struktura slitiny CuSn12 ([www. http://old.vscht.cz](http://old.vscht.cz))

Na obr. 9 je mikrostruktura mosazi Cu Sn12, která má vysokou pevnost, je odolná vůči korozi a používá se na kluzná ložiska, protože má dobré kluzné vlastnosti. Je na něm vidět matrice – dendrity tuhého roztoku α , po jejich hranicích eutektoidní Sn fáze a černé útvary tvořící mikrostaženiny.

Mosazi na odlitky mají obsah mědi zhruba 58 až 63 %. U slévání nedochází k odlučování a míra zabíhavosti je velmi dobrá. Odlitky z mosazi je důležité správně dimenzovat, protože smrštivost mosazi je až 1,5 %. Obrobitelnost je zvyšována přidáním olova. Používají se pro méně namáhané lité součásti čerpadel, armatury, ozubená kola, šneky a jiné.

Mechanické vlastnosti mosazí se mohou ještě zlepšit legováním určitými prvky, jako jsou například Al, Mn, Ni, Mn, Fe, Si. Díky tomu vznikají mosazi se speciálními vlastnostmi. (Ptáček, 2002)

- **Bronzy**

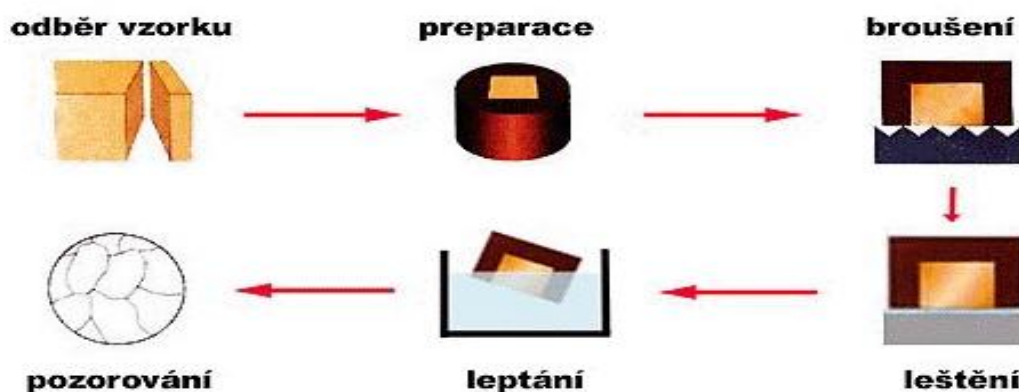
Jsou to ve většině případů slitiny mědi s cínem, ovšem mohou se přidávat i jiné prvky, jako je například Pb, Al, Mn, Ni a Be. Díky tomu získávají bronzy různé specifické vlastnosti dle použití přidaných prvků. U cínových bronzů se používá maximálně 20 % Sn. Do 8 % Sn je možné bronzy zpracovávat tvářením a nad tuto mez pouze litím. Mají skvělou odolnost proti korozi a odolávají opotřebení. Tvářené bronzy se používají k výrobě pružin a kluzných ložisek. Bronzy lité jsou používány častěji než tvářené. Používají se na kluzná ložiska, na součástky značně namáhané třením při velkých tlacích a malých rychlostech, součásti odstředivek a jiné.

Zajímavostí jsou bronzy s 10 % Mn a 9 % Al, které tvoří tzv. Heuslerovy slitiny a jsou feromagnetické, aniž by obsahovali železo. (Hluchý a Kolouch, 2007)

5. PŘÍPRAVA METALOGRAFICKÝCH VZORKŮ

Příprava metalografického preparátu má svoje pravidla, která mají zajistit, aby se struktura vzorku během přípravy nezměnila a nebyla nijak ovlivněna. Významnou fází přípravy vzorku je jeho odběr z výrobku, který má být metalograficky posouzen.

Metalografie je nauka, která pojednává o vnitřní stavbě kovů a slitin. Jejím cílem je zviditelnění struktury materiálu a následné studium pomocí optického či elektronového mikroskopu. (*Michna a Kuśmierczak, 2012*)



Obr. 10 Schéma přípravy vzorku (www.old.vscht.cz)

5.1 Odběr vzorku

Způsob odběru vzorku a místo odběru vzorku, ze kterého bude připraven výbrus pro pozorování struktury, je třeba zvážit. Záleží na tom objektivita posuzování struktury vzorku a je třeba zaručit, abychom získali všechny potřebné informace, které jsou pro nás důležité. Při odběru vzorku nesmí dojít k mechanickému ani tepelnému ovlivnění struktury. Z toho důvodu se nehodí používat dělení materiálu pomocí laseru, plasmu, nebo úhlovou brusku. V zásadě se používá dělení materiálu za působení chladicí kapaliny, aby nedocházelo k tepelnému ovlivnění vzorku. (*Ptáček, 2003*)

U měkkých a snadno obrobitelných materiálů lze pro odběr vzorků použít řezání nebo odfrézování. Tvrdé a těžko obrobitelné materiály můžeme odlomit nebo odříznout rozbrušováním. Podle velikosti a tvaru materiálu, z kterého je potřeba vyříznout metalografický vzorek, se používají různé stroje a způsoby dělení materiálu. Při velkých materiálech se používá pásové pily s chlazením řeznou kapalinou k řezům, kterými zhruba vyřízneme požadovanou část. V dalších krocích je nejlepší využít rozbrušování. Nejčastěji se používá abrazivní řezání za mokra. Pro abrazivní řezání se používá řezný kotouč, který je složen z brusného prostředku a pojiva. K brusnému kotouči je přiváděna chladicí kapalina,

kteřá zabraňuje zahřátí materiálu a z řezu odvádí úlomky. Jedná se o velmi přesné řezání, které nepoškozuje vzorek, a na jeho povrchu při správných řezných podmínkách nevznikají žádné deformace. Velikost vyříznutého vzorku odpovídá maximální velikosti průměru válce, pokud budeme vzorek lisovat do pryskyřice. (Michna a Kuśmierczak, 2012)



Obr. 11 přesná rozbrušovací pila
(www.struers.cz)



Obr. 12 drsnost povrchu po různém dělení
(Michna a Kuśmierczak, 2012)

5.2 Preparace vzorku

Cílem preparace je ulehčit a urychlit přípravu, zlepšit manipulaci se vzorky, dodržet ostrost hran a zachovat povrchové vrstvy.

V případě poloautomatické a automatické přípravy je potřebné mít všechny preparované vzorky stejné velikosti. Vzorky, které mají malou velikost, se zalijí, nebo zalisují do umělé pryskyřice. Výsledná velikost vzorku závisí na formě, do které byl zalit, nebo zalisován pryskyřicí. Velikost kruhového preparovaného vzorku bývá většinou kolem 25 mm v průměru. Pro preparaci vzorku se používají zejména metody zalévání za studena, za tepla a lisování. (Ptáček, 2003)

Cílem preparace je:

- musí zůstat zachovány všechny součásti struktury
- povrch musí být bez rýh a bez deformace
- na povrchu nesmí být žádná cizí tělesa
- povrch vzorku musí být rovný (Michna a Kuśmierczak, 2012)

Před samotnou preparací musíme vyříznutý vzorek náležitě očistit, aby k němu dostatečně přilnula použitá pryskyřice. Pokud máme malý nestabilní vzorek, který neudrží svoji polohu, nebo je nestabilní, tak musíme použít pomocných svorkových kroužků, které zaručí, že během preparace nedojde ke zvrtnutí vzorku. Používá se různých množství pryskyřic. Ty

nejpoužívanější jsou elektronově nevodivé, užívané pro optické mikroskopy, a ty druhé jsou elektronově vodivé, a používají se pro zkoumání na elektronových mikroskopech.

- **lisování**

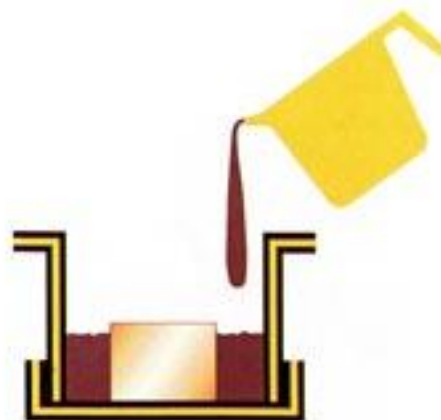
Vzorek je umístěn požadovanou plochou na dno lisovací komůrky a zasypán pryskyřicí. Použití této metody je časově velmi úsporné. Doba přípravy vzorku je 5 – 15 minut. Nevýhodou této metody je působení velkých tlaků a zvýšené teploty. Získáme velmi tvrdé obaly vzorků v minimálním čase. Proměnnými při lisování jsou čas, teplota a tlak. Užívané práškové materiály k zalívání jsou termosety nebo termoplasty. Během lisování může dojít k různým vadám, jako jsou například trhliny, smrštění, praskliny a vznik puchýřů. Stroj pro lisování za tepla od firmy Struers je na obr. 13.

- **zalévání za studena**

Vzorek s požadovanou plochou se umístí na dno formy. Odměří se dostatečné množství prášku a smíchá se s vytvrzujícím médiem a naleje se do formy vzorku. Doba vytvrzení se pohybuje od několika minut do několika hodin. To závisí na použití preparačního média. Většinou nedochází k vytvrzování při pokojové teplotě. Zvýšením teploty můžeme zkrátit čas vytvrzování více než o polovinu. Tento způsob se používá pro vzorky, které jsou náchylné na teplotu a na tlak, nebo pro rozměrově větší, které je třeba připravovat v celku. (*Konečná a Fintová, 2010*)



Obr. 13 stroj pro lisování (*vlastní archiv*)



Obr. 14 zalévání za studena (*www.vscht.cz*)

5.3 Broušení

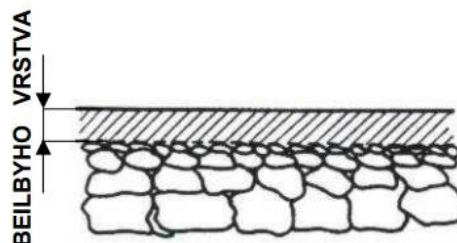
Broušení je operace, při které dochází k intenzivnímu odebrání hmoty z povrchu materiálu (obr. 15). Odebírání nastává tím, že se vzorek vystavuje působení tlaku na rotující

kotouč s brousicím materiálem. Cílem broušení je odstranit pásmo deformací způsobené dělením, nebo probroušení se do námi požadované části vzorku. Od vzorku se požaduje, aby byl rovnoměrně drsný s minimálními povrchovými nerovnostmi, dokonale rovný a aby broušením nedošlo k poškození struktury. Při broušení je materiál odebírán pomocí brusiva, což jsou velmi tvrdá zrna. Broušení probíhá zpravidla pomocí brusných papírů nebo na speciálních kotoučích pro opakované užívání. Výkon broušení se za jinak stejných okolností zvětšuje tím, že se zajistí větší rozdíl tvrdostí broušeného materiálu a brusiva. Při broušení dochází k deformacím povrchu, která jsou minimalizována postupným broušením se stále jemnějším brusivem. (Michna a Kuśmierczak, 2012)

Při broušení je materiál vzorku intenzivně tvářen do značné hloubky. Na povrchu vzniká Beilbyho vrstva, která velmi ovlivňuje počáteční strukturu a závisí na podmínkách broušení. Čím větší tlak a rychlost, tím vzniká větší teplota na povrchu vzorku a tak i tlustší deformovaná vrstva (obr. 16). Beilbyho vrstvu můžeme odstranit tím, že při broušení bude vzorek intenzivně chlazen vodou. Díky tomu dojde také k poklesu teploty vzorku a odplavování nečistot. Jakost výbrusu závisí na velikosti zrna použitého brusiva. Pro velmi hrubé broušení se používají brusné papíry 80 až 320. U jemného broušení užíváme brusné papíry 1200. Podobné označování se používá i u speciálních kotoučů. Brousit můžeme buďto ručně, mechanizovaně, poloautomaticky nebo automaticky.



Obr. 15 princip broušení (Konečná, 2010)



Obr. 16 deformovaná Beilbyho vrstva (Konečná, 2010)

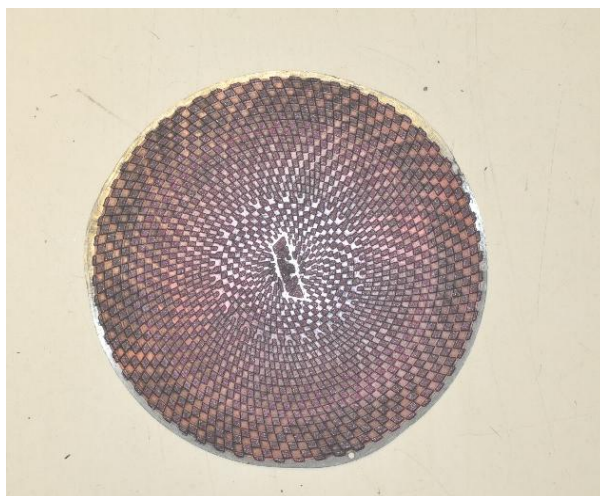
Proces broušení se začíná hrubým broušením a postupně se přechází na jemnější brusné papíry. Druh brusiva se volí podle broušeného materiálu. Pro přípravu jemných materiálů se jako brusivo používá karbid křemíku a pro materiály ze slitin železa se užívá oxidu hlinitého. Pro tvrdé materiály, jako je keramika nebo karbidy, se používají diamantové brusné kotouče

V moderní době se pro zjednodušení poloautomatické a automatické výroby používá namísto brusných papírů speciálních brusných kotoučů (obr. 18). Tyto kotouče zaručují

vysokou rychlost odběru a při tom zachovávají vynikající rovinnost povrchu. Kotouče mají speciální povrch a přímo na něm jsou nanášeny zrna brusiva.



Obr. 17 automat na broušení a leštění metalografických vzorků
(*vlastní archiv*)



Obr. 18 speciální brusný kotouč (*vlastní archiv*)

5.4 Leštění

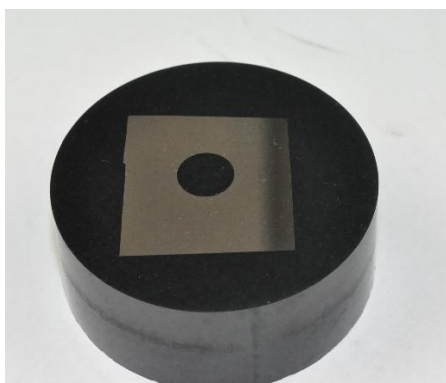
Na povrchu vzorku jsou i po velmi jemném broušení stopy, nečistoty a rýhy. Je možné je odstranit mechanickým, elektrolytickým nebo chemickým způsobem. Na rozdíl od broušení při leštění již materiál z povrchu vzorku není odebírán. Dochází pouze ke srovnání reliéfu povrchu vzorku účinkem leštícího prášku. Leštící prostředky se nanášejí na rotující kotouče litinové nebo kotouče potažené různými tkaninami, jejichž kvalita a typ ovlivňuje výsledek leštění. Další možností, jak leštit výbrusy je použití elektrolytického leštění. (*Ptáček, 2003*)

5.4.1 Mechanické leštění

Vzorek se při leštění vystavuje působení tlaku na otáčející se leštící kotouč. Deformace povrchových nerovností vzorku nastává tlakem leštícího média. Cílem leštění je získat rovný povrch se zrcadlovým leskem bez jakýchkoliv rýh. Tohoto cíle se dosáhne použitím vhodného leštícího kotouče a postupnou aplikací stále jemnějších zrn. V případě špatného leštění se některé rýhy zviditelní. (*Konečná a Fintová, 2010*)

Diamantová leštící pasta je aplikována v potřebném množství na tkaninový kotouč a dochází k leštění vzorku. Leštící pasty se obvykle používají na hrubé leštění 3 a 9 μm a pro jemné leštění se používá pasta 1 μm . Podle druhu leštěného materiálu se zvolí kotouč a nastaví se správná přitlačná síla, otáčky a doba po jakou se má vzorek leštit. Vzorek se leští do té doby, dokud není povrch kovově lesklý a neobsahuje žádné škrábance a rýhy. Během

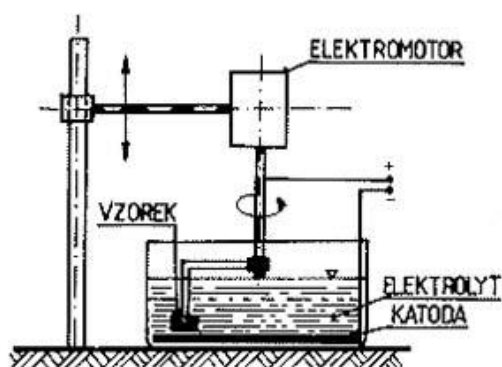
každé výměny kotouče je nutné vzorek opláchnout lihem, aby se smyli nepatřičné částice. Výsledný povrch je připraven pro analýzu. Pokud je třeba, můžeme také vzorek leptat.



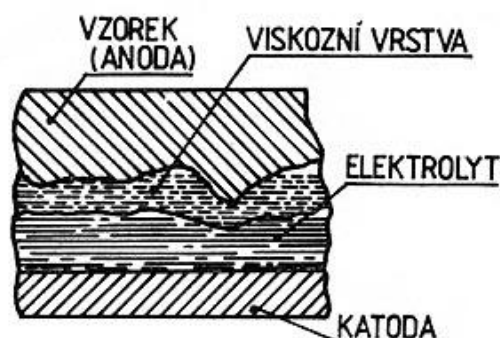
Obr. 19 konečná úprava metalografického vzorku (*vlastní archiv*)

5.4.2 Elektrolytické leštění

Elektrolytické leštění využívá úplně jiného principu než leštění mechanické. Vzorek je ponořen do elektrolytu a je zapojen jako anoda (obr. 20). Během průchodu proudu mezi vzorkem a katodou se na povrchu broušeného vzorku vytvoří viskózní film, který má velmi nízkou elektrickou vodivost. Nejsilnější tloušťka tohoto filmu je v prohlubeninách a naopak nejmenší je na nad výstupky. Nad výstupky klade vrstva elektrickému proudu nejmenší odpor. Proto se výstupky na vzorku při správných pracovních podmínkách rozpouštějí a povrch výbrusu se postupně uhlazuje. Princip elektrolytického leptání je vidět na následujících obrázcích. (*Michna a Kuśmierczak, 2012*)



Obr. 20 Princip elektrolytického uspořádání (*Michna a Kuśmierczak, 2012*)

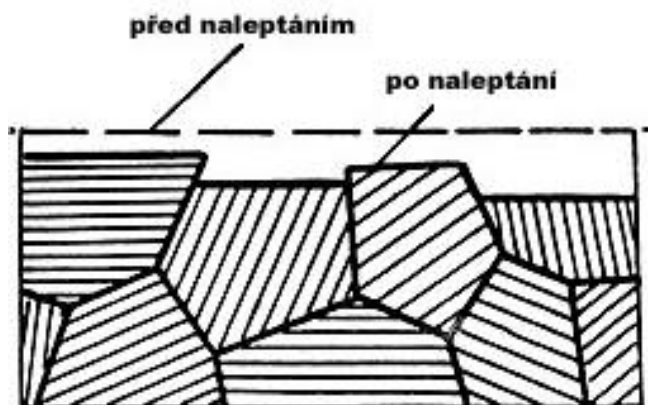


Obr. 21 vznik anodického filmu (*Michna a Kuśmierczak, 2012*)

5.5 Leptání

Pro některé metalografické zkoušky je dostačující leštěný vzorek. Na neleptaných vzorcích vidíme trhliny, dutiny, póry, nekovové vměstky a dále strukturní složky lišící se svou barvou od zkoušeného materiálu. Na neleptaném vzorku u šedé litiny je velmi dobře vidět tvar, velikost a rozdělení grafitu. Struktura na neleptaném vzorku většinou vidět není. Při leptání je třeba odstranit deformovanou vrstvu kovu, která vzniká při leštění a zakrývá jeho původní krystalickou strukturu. K rozeznávání různých strukturních složek používáme leptadla, která odleptávají deformované vrstvy, nebo různé strukturní složky vyleptávají do různé hloubky. Leptání může probíhat tak, že leptadlo působí na plochu zrn, nebo jsou intenzivně naleptávány jejich hranice. (Konečná a Fintová, 2010)

Vyvolání struktury je nejcitlivější operací při přípravě metalografického vzorku. Každý druh materiálu potřebuje speciální techniku leptání včetně volby leptadla. Leptadlo se volí podle zkušenosti nebo podle návodů v literatuře popř. v návodech firem, které dodávají metalografickou techniku. Nejběžnějším způsobem zviditelnění struktury je chemické leptání a méně užívané jsou elektrochemické a tepelné leptání. (Ptáček, 2003)

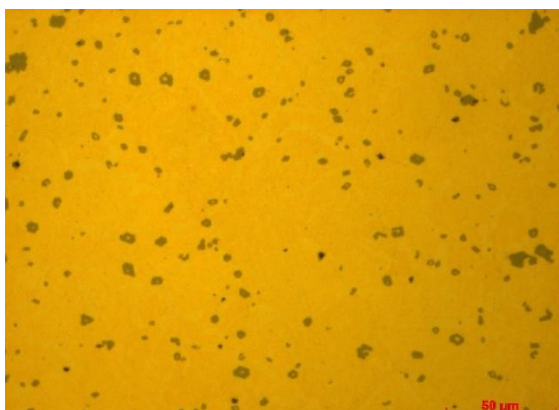


Obr. 22 Rozdílná orientace krystalové mřížky jednotlivých zrn po odstranění deformované vrstvy (Michna a Kuśmierczak, 2012)

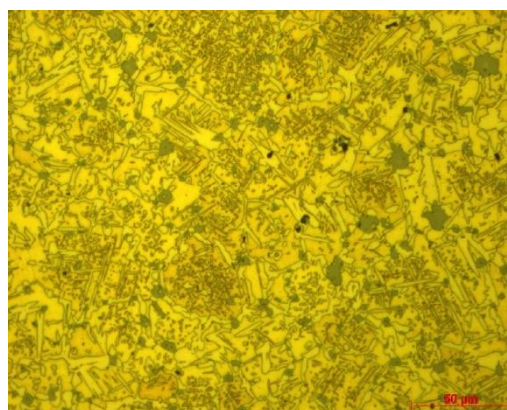
5.5.1 Chemické leptání

Při chemickém leptání používáme různé druhy leptadel, podle toho u jakého materiálu potřebujeme vidět strukturu. Jsou to nejčastěji různé kyseliny smíchané v určitém poměru s lihem. Jedním z nejběžněji používaných leptadel je 2 až 4procentní roztok kyseliny dusičné v alkoholu nazývané nital. Hranice zrn mající zvýšenou hustotu poruch mřížky se zviditelňují tím, že na hranicích zrn leptadlo způsobuje prohloubeniny, jak je znázorněno na obr. 22. Dopadající paprsky světla vytváří na hranicích zrn stíny, které pozorujeme. Jednofázová struktura se zviditelňuje plošným leptáním. Jeho princip je, že se zrna rozpouštějí různou rychlostí vlivem jejich různé krystalografické orientace. (Silbernagel, 2011)

Vzorek nejčastěji leptáme ponořením do leptadla a při tom s ním pohybujeme, aby leptání bylo rovnoměrné. Také je možné leptat vatou, kterou namočíme do leptadla a připravený vzorek potíráme. Stupeň naleptání povrchu kontrolujeme podle zmatnění povrchu, nebo podrobně pod mikroskopem. Po vyjmutí vzorku z leptadla ho opláchneme a osušíme horkým vzduchem. (Konečná a Fintová, 2010)



Obr. 23 Struktura mosazného ložiska před leptáním (vlastní archiv)



Obr. 24 Struktura mosazného ložiska po leptání. (vlastní archiv)

5.5.2 Elektrolytické leptání

Elektrolytické leptání je založeno na stejném principu, jako elektrolytické leštění. Vzorek, který byl elektrolyticky vyleštěn, je při dalším ponechání působení elektrického proudu naleptáván. Elektrolytické leptání se používá u kovů a slitin, které jsou odolné vůči účinku běžných leptadel, a je také používáno u korozivzdorných ocelí. Elektrolytické leptání spočívá v anodickém nebo katodickém rozpouštění vzorku v elektrolytu při průchodu elektrického proudu. Vyvolání struktury, která vznikne po tomto leptání, je stejné jako u chemického leptání.

5.5.3 Tepelné leptání

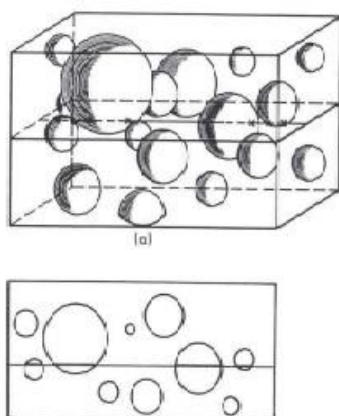
Pro vyvolání struktury se také používá tepelného leptání. Za zvýšené teploty dojde k vytvoření oxidační vrstvy na povrchu vyleštěného vzorku. Tloušťka vrstvy závisí na schopnosti oxidace jednotlivých strukturních objektů (zrna, hranice zrn, rozdílné fáze) a dosahuje několika nanometrů. Podle své tloušťky vrstvy propouští pouze některé vlnové délky, takže po dopadu světla na povrch je výsledný efekt odlišné zbarvení jednotlivých zrn. (Šebestová, 2012)

6 VYHODNOCOVÁNÍ MIKROSTRUKTURY

6.1 Kvantitativní metalografie

K detailní analýze struktury a přesnému hodnocení vztahů mezi strukturou a mechanickými, popř. fyzikálními vlastnostmi, se používá kvantitativní metalografie. Při této analýze musíme vycházet pouze ze dvourozměrných rovinných řezů procházejících strukturou materiálu. Kvantitativní metalografie využívá obecných zásad stereologie, matematické metodiky, která převede obraz získaný pozorováním a proměřením rozměrů a tvarů strukturních objektů v rovině výbrusu na tvar trojrozměrný. Abychom dostali dostatečně kvalitní představu o kvantitativních parametrech dané mikrostruktury, musíme provést statistickou analýzu dostatečného počtu naměřených hodnot (zrn). (Ptáček, 2003)

Na obr. 25 je statisticky náhodné umístění kulovitých částic různých průměrů v základní matici. Pravděpodobnost, že rovina řezu protne částici, je závislá na průměru částic. Průměr částic v řezu odpovídá skutečnému průměru pouze v tom případě, že rovina řezu prochází přesně středem částice. (Vodárek, 2012)



Obr. 25 Náhodně distribuované kulové částice v prostoru a rovinný řez vzorkem
(www.person.vsb.cz)

Vzhledem k tomu, že zrna mají různou velikost a tvar, je výpočet relativně složitý. Při kvantitativní analýze rovinných řezů se používají tyto tři analýzy:

- bodová analýza
- lineární analýza
- plošná analýza

Dále si pro ukázkou blíže rozebereme jednu z těchto analýz, a to lineární analýzu. Pro lineární analýzu se pro určení podílu fází anebo jiných hodnotných strukturních součástí používá následující vztah. (Konečná a Fintová, 2010)

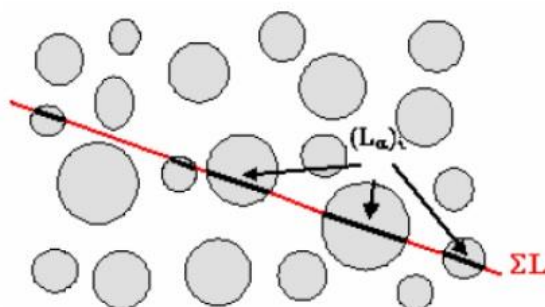
$$L_{\alpha} = \frac{\sum L_{\alpha}}{\sum L} [-]$$

L_{α} lineární zlomek fáze α

$\sum L_{\alpha}$ [μm] délka sečných čar protnutých fází α

$\sum L$ [μm] celková délka sečných čar

Na sečných čarách na výbrusu vytínají obrysy řezu částicemi úsečku (obr. 26). Lineární zlomek je dán podílem součtu jednotlivých úseků uvnitř částic a celkové délky hodnotících linií. Přesnost stanovení lineárního zlomku není dána počtem zorných polí a délkou sečných čar, ale počtem a délkou úseků v hodnocené fázi.



Obr. 26 schéma stanovení lineárního zlomku (www.person.vsb.cz)

6.2 Stanovení velikosti zrna

Během tuhnutí kovu vzniká v tavenině velké množství krystalových zárodků. Růst krystalů v tavenině je po určité době znemožněn. Tím je struktura tvořena velkým množstvím krystalů, které nazýváme zrna. Obvykle mají mnohostěnný tvar. Hranice mezi krystaly jsou poruchami krystalové mřížky a zejména ovlivňují mechanické vlastnosti kovu. Takto popsaný materiál je polykrystalickým materiálem, existuje ale i monokrystalický kovový materiál, který má krystalografickou mřížku stejně orientovanou ve svém celém objemu. (Hrubý a kol., 2008)

6.2.1 Srovnávací metoda

Tato metoda je založena na porovnávání etalonových obrazů struktur se strukturou analyzovaného materiálu obvykle při 100násobném zvětšení. Při této metodě se pozoruje postupně celá plocha výbrusu a hodnotí se pět nejtypičtějších oblastí struktury. Srovnáním se stanoví číslo velikosti zrna v jednotlivých oblastech, následně se vypočte průměrná hodnota velikosti zrna. (Michna a Kuśmierczak, 2012)

Počet zrn připadajících na 1 mm^2 můžeme stanovit pomocí rovnice:

$$m = 8 \cdot 2^G$$

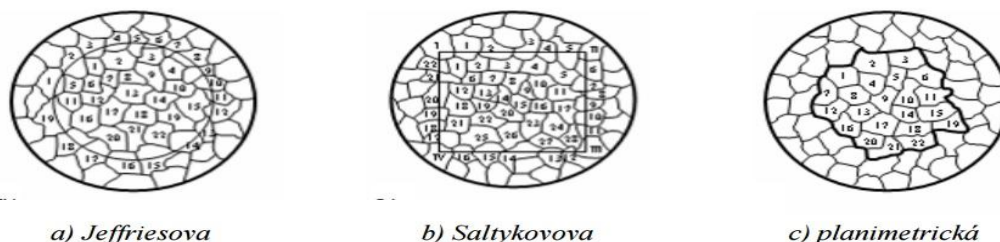
$m [-]$ je počet zrn připadajících na 1 mm^2

$G [-]$ je číslo velikosti zrna

Hodnoty velikosti zrna se mohou pohybovat od čísla -7, což je největší velikost zrna, do 17, což je nejmenší velikost zrna. Pokud se zvýší číslo G o jeden stupeň, číslo m se zvětší dvojnásobně. (Vodárek, 2012)

6.2.1 Metoda počítání zrn

Pro určení velikosti zrna se počítá počet zrn na povrchu výbrusu, který odpovídá výbrusu o ploše $0,5 \text{ mm}^2$. Běžně se používá jedna z těchto metod: Jefferiesova, Saltykovova a planimetrická



Obr. 27 metoda počítání zrn (www.kmi2.uniza.sk)

Jefferiesova metoda: počítá se počet zrn uvnitř kružnice s poloměrem $39,99 \text{ mm}$ a počet zrn, které kružnice protíná, podle vzorce:

$$n = 2(z + 0,5v)$$

$z [-]$ počet zrn uvnitř kružnice

$v [-]$ počet zrn, které kružnice protíná (Michna a Kuśmierczak, 2012)

Saltykovova metoda: počítá se počet zrn uvnitř čtverce se stranou 70,7 mm a počet zrn, která jsou protnuta stranami (kromě 4 zrn protínajících rohy), podle vzorce:

$$n = 2(z + 0,5v - 1)$$

z [-] počet zrn uvnitř čtverce

v [-] počet zrn, které čtverec protíná (*Konečná a Fintová, 2010*)

Planimetrická metoda: planimetrem se změří plocha, která obsahuje zvolený známý počet zrn, a s přihlédnutím na zvětšení obrazu se přepočte podle vzorce:

$$n = 10^4 \cdot z \cdot A^{-1} [mm^{-2}]$$

A [mm²] měřená plocha

z [-] zvolený známý počet zrn

Počet zrn v 1 mm² plochy výbrusu je $m = 2n$. Jmenovitý střední průměr zrna se stanoví podle vztahu:

$$d_m = \frac{1}{\sqrt{m}} [mm]$$

d_m [mm] jmenovitý střední průměr

m [-] počet zrn v 1 mm²

Na základě uvedených vztahů se následně určí číslo velikosti zrna G (viz tab.2). (*Michna a Kuśmierczak, 2012*)

Tab. 2 Tabulka nejběžnějších velikostních čísel zrn (*Michna a Kuśmierczak, 2012*)

Střední průměr zrna d _m [mm]	G
0,125	3
0,088	4
0,062	5
0,044	6
0,031	7
0,022	8

6.3 Stanovení čistoty oceli

Každá ocel obsahuje menší nebo větší množství nekovových vměstků. Celková váha těchto vměstků je oproti oceli nepatrná. Je důležité jejich množství, druh, tvar, velikost a rozdělení v oceli. Vměstky podle původu rozdělujeme na:

- Vměstky, které se ze strusky a z ohnivzdorného materiálu používaného na vyzdívku pece, pánve a licího zařízení dostaly do tekuté oceli.
- Vměstky, které vznikly chemickými reakcemi při výrobě v tekuté oceli. Zejména během okysličení a odkysličení.

Nekovové vměstky dělíme podle chemické charakteristiky na:

- oxydické: kysličníky různých prvků
- sulfidické: sirníky různých prvků (obr. 28)
- silikátové: křemičité vměstky různých prvků

Pro kontrolu nekovových vměstků u tvářené oceli se používá podélných řezů, které poté prohlédneme na mikroskopu. Druh, velikost a množství vměstků se zhodnotí podle klasifikačních tabulek. (*Silbernagel, 2011*)



Obr. 28 sulfidický vměstek (www.vutbr.cz)

6.4 Zkouška mikrotvrdomosti dle Vickerse

Měřením mikrotvrdomosti je působení malých sil, které způsobí jen nepatrné vpichy. Do materiálu je vpichována diamantová pyramida se čtvercovou základnou s vrcholovým úhlem 136° . Metoda Vickersova je v současné době nejpoužívanější metodou. Tuto zkoušku můžeme použít k měření vnitřků a hranic zrn, určovat tvrdost v různých fázích, nebo měřit různé povlaky a vrstvy.

Mikrotvrdoměry jsou vyráběny jako samostatné přístroje nebo jsou součástí optických mikroskopů. Velikost zatížení je ovlivněna tloušťkou vzorku. Její velikost bývá v rozmezí od 0,00981 N až do 4,9 N. Mikrotvrdomost se dá určit početně nebo ji můžeme určit pomocí úhlopříčky z tabulek. Moderní přístroje již sami vypočítají výslednou tvrdost po zakótování úhlopříček vpichu.

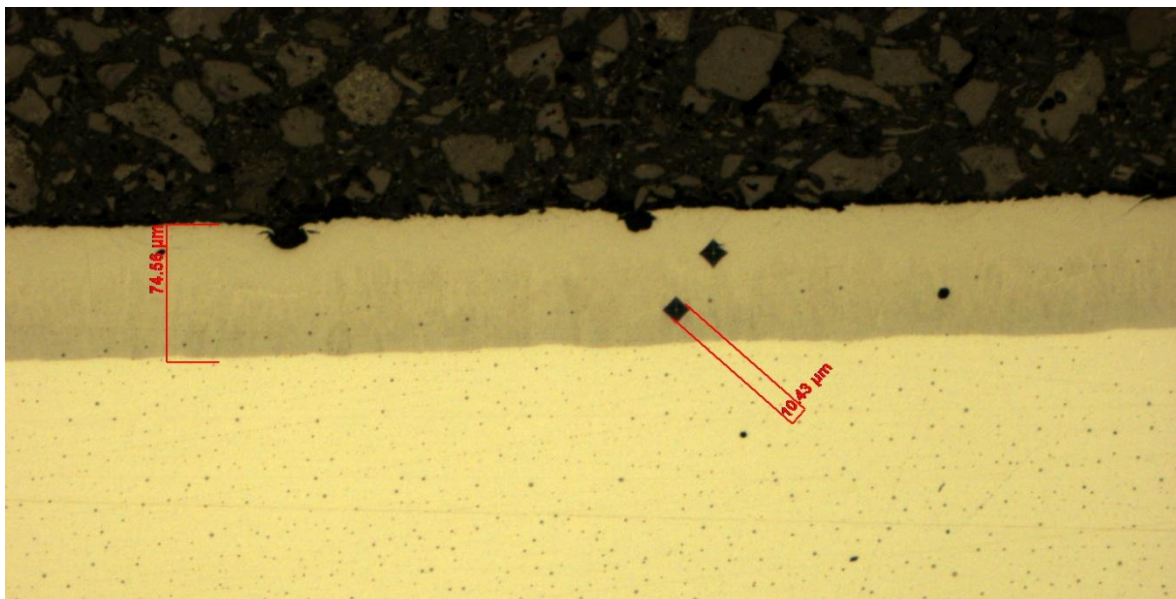
Vzorec pro výpočet mikrotvrlosti dle Vickerese je následující:

$$HV = 1,855 \cdot \frac{F}{l^2}$$

F [cN] zatěžující síla

l [μm] velikost úhlopříčky

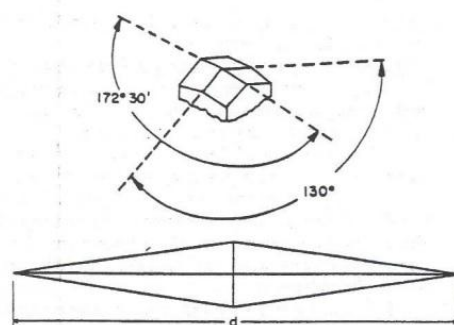
Na obr. 29 je vpich Vickersem Hv 0,1 (zatížení 100 g) do nitrídační vrstvy, která má tloušťku 74 μm. Vpich byl proveden automatizovaným mikrotvrdoměrem a úhlopříčka vpichu je 10,43 μm. Výsledná tvrdost nitrídační vrstvy vyšla 722 HV. (Skálová a kol., 1995)



Obr. 29 měření mikrotvrlosti Vickersem Hv 0,1 (vlastní archiv)

6.5 Zkouška mikrotvrlosti dle Knoop

Rozdíl mezi Knoopem a Vickersem je ten, že Knoop využívá jiný indentor. Jedná se o diamantovou základnu s rombickou základnou s úhly hran 172 ° a 130 ° (obr. 30). Výsledný vpich má tvar kosočtverce, kde poměry úhlopříček jsou 1:7. Měření probíhá tak, že se měří pouze délka jedné úhlopříčky, a to té delší. (Vodárek, 2012)



Obr. 30 Knoopův indentor a tvar vpichu (Konečná a Fintová, 2010)

Tvrdość dle Knoop se vypočte ze vztahu:

$$HK = 1,451 \cdot \frac{F}{l^2}$$

F [N] velikost zatěžující síly

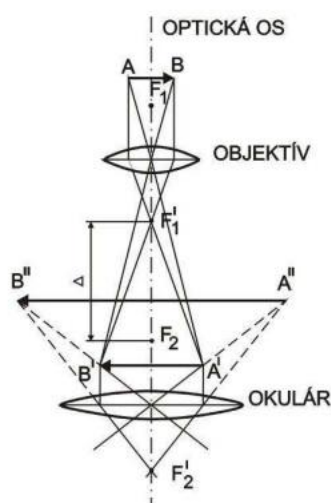
l [μm] délka úhlopříčky.

7 SVĚTELNÁ MIKROSKOPIE

Světelná mikroskopie je založena na základech optiky. Využívá zejména zákonů geometrické optiky. Principem funkce je pozorování odraženého světla od rovinných kovových vzorků světelným mikroskopem. Zobrazovací systém světelného mikroskopu je soustava čoček uspořádaných tak, abychom dosáhli požadovaného zvětšení, vysokého kontrastu, vysoké rozlišovací schopnosti a relativně velké hloubky ostrosti. Tato metoda umožňuje pozorovat a hodnotit struktury materiálů v rovinném řezu se zvětšením 100 až 2000x. (Konečná a Fintová, 2010)

7.1 Zvětšení metalografického obrazu

Mikroskop se skládá z objektivu a okuláru. Zjednodušené schéma funkce metalografického mikroskopu můžeme vidět na (obr. 31). Námí pozorovaný objekt AB je uložen mezi dvojnásobnou ohniskovou vzdáleností a ohniskem objektivu. Umístění objektivu je těsně u pozorovaného předmětu a paprsky, které jím procházejí, vytvoří skutečný, převrácený, zvětšený obraz předmětu A' B'. Dále je tento obraz zobrazen okulárem, který vytváří neskutečný, zvětšený a přímý obraz A'' B''.



Obr. 31 schéma průchodu světelných paprsků metalografickým mikroskopem (Konečná a Fintová, 2010)

Zvětšení objektivu l_1 je dáno vztahem:

$$l_1 = \frac{A'B'}{AB}$$

Zvětšení okuláru l_2 se dá vyjádřit podílem neskutečného obrazu $A''B''$ a skutečného obrazu $A'B'$ vytvořeného objektivem:

$$l_2 = \frac{A''B''}{A'B'}$$

Celkové zvětšení mikroskopu je dáno součinem zvětšení okuláru a objektivu:

$$\frac{A''B''}{AB} = l_1 \cdot l_2$$

Celkové zvětšení mikroskopu se rovněž vyjadřuje v závislosti na ohniskových vzdálenostech okuláru:

$$Z = \frac{\Delta}{f_{ob}} - \frac{250}{f_{ok}}$$

Z [-] je celkové zvětšení mikroskopu

f_{ok} [mm] ohnisková vzdálenost okuláru

f_{ob} [mm] ohnisková vzdálenost objektivu

Δ [mm] optická délka tubusu mikroskopu

hodnota 250 je normální zraková vzdálenost (250 mm) (Ptáček, 2003)

7.2 Vady čoček

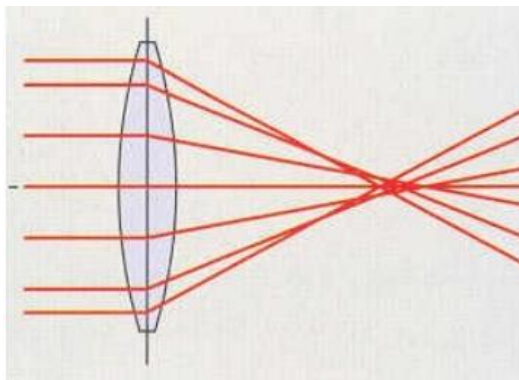
Jednoduché čočky obsahují různé optické vady, a proto nedávají dokonalý obraz předmětu. Tyto vady se dělí na dva základní druhy: monochromatické a chromatické. Pro snížení vlivu těchto vad se používají soustavy čoček, které jsou vyrobeny ze skla s různými optickými vlastnostmi a jsou kombinovány se spojkami a rozptylkami přesně vyrobených dle daných požadavků. (Vodárek, 2012)

7.2.1 Vady monochromatického zobrazení

Jsou to vady, které vznikají při použití monochromatického osvětlení a dělí se následovně:

- **sférická vada:** tato vada vzniká tak, že paprsky rovnoběžné s optickou osou, které procházejí v různé vzdálenosti od osy čočky, se neprotínají v jednom bodě (obr. 32). Sférická vada závisí na tvaru čočky. Pro odstranění sférické vady je důležitá volba skel s různými indexy lomu, z nichž jsou čočky vyrobeny.
- **astigmatická vada:** vzniká během zobrazování bodů ležících mimo optickou osu, tedy v tom případě, pokud kužel zobrazovacích paprsků protíná osu čočky šikmo. Svazek paprsků se po lomu nesbíhá v jednom bodě, ale vznikají dvě krátké navzájem

kolmé úsečky. Vzdálenost těchto dvou úseček je míra astigmatismu a nazývá se astigmatický rozdíl.



Obr. 32 sférická vada čočky (www.person.vsb.cz)

7.2.2 Chromatické vady

Jsou to vady, které vznikají při použití světla s širším rozsahem vlnových délek. Ohnisková vzdálenost čočky je funkcí indexu lomu skla, z něhož je zhotovena. Vlivem různé vlnové délky světla je ohnisková vzdálenost pro různé barvy světla odlišná. Nejméně se láme světlo červené barvy a nejvíce světlo fialové. (*Jandoš a Říman, 1985*)

7.3 Optické metody zvýšení kontrastu

Pro získání kvalitního obrazu struktury je zapotřebí dostatečný kontrast obrazu a dostatečné množství světla odraženého od detailů ve struktuře. Pro velkou roli získání dobrého obrazu je správná příprava vzorku a jeho naleptání. Avšak ani leptání není vždy dostatečně účinné. Z toho důvodu se používá celá řada optických metod. Tyto metody jsou zejména:

- světlé a temné pole
- polarizované světlo
- fázový kontrast a interferenční mikroskopie

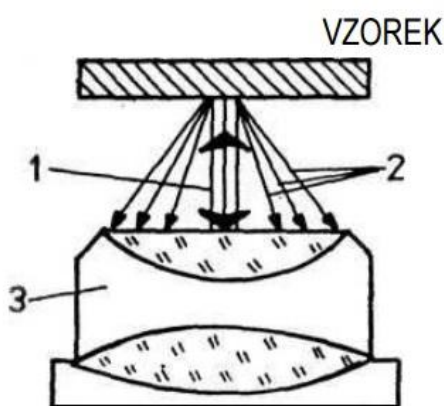
Uvedené metody zvýšení kontrastu obrazu je možné aplikovat u většiny metalografických světelných mikroskopů. (*Ptáček, 2003*)

7.3.1 Světlé pole

Pozorování ve světlém poli je nejpoužívanější osvětlení v metalografii. Světelné paprsky dopadají na pozorovanou plochu metalografického vzorku kolmo. Světlo přichází z externího zdroje. Objektívem prochází světlo na povrch vzorku, od kterého se odráží zpět do objektivu. Světlo odražené zpátky do objektivu projde planoparalelní deskou a vstupuje do okuláru.

Vodorovné plochy na vzorku se jeví jako světlé a šikmé plochy jako tmavé. Při tomto osvětlení nevznikají žádné stíny a pozorovaný obraz je málo výrazný a kontrastní.

Pokud potřebujeme docílit zvýšení kontrastu obrazu, používá se vzájemného sladění absorpce a difúzního rozptylu zmenšením otvoru v aperturní cloně. Díky tomu se sníží podíl rozptýleného světla a zvýší se kontrast podrobností zviditelněných jak následkem absorpce, tak i difúzního rozptylu. Zmenšování otvoru aperturní clony je však účelné jen po určité mez. Po přesáhnutí této meze dochází k viditelnému zhoršování rozlišovací schopnosti a ke ztrátě kvality obrazu. Téměř stejného výsledku je možné dosáhnout použitím barevných filtrů, protože v monochromatickém světle může být přesnějším zaostřením zviditelněno více podrobností než v bílém polychromatickém světle. (Jandoš a Říman, 1985)



Obr. 33 světlé pole (www.mtfdca.szm.com)

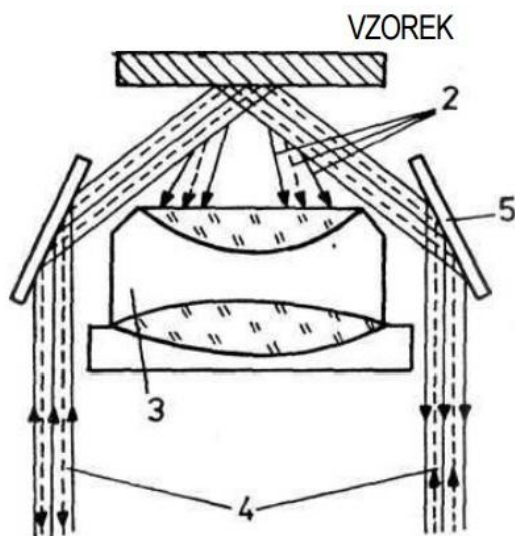
1 – odražený svazek; 2 – rozptýlený svazek; 3 – objektiv

7.3.2 Tmavé pole

Pozorování v tmavém poli (obr. 34) přináší užitek v takovém případě, pokud mají být zviditelněné strukturní součásti, u kterých je ve světlém poli difúzní rozptyl světla slabý. Pozorování v tmavém poli je možné použít jen pro malá zvětšení. Světlo přicházející ze zdroje je odraženo kovovým zrcadlem na paraboloidní kondenzor a osvětluje povrch vzorku a osvětluje povrch vzorku velmi šikmým osvětlením. Paprsky odražené od šikmých ploch vstupují do objektivu. Celkový vjem vykazuje zářivé hranice zrn, zářivé kontury vměstků a dalších objektů odkloněných od roviny.

Hlavní rozdíl mezi pozorováním ve světlém a tmavém poli je v tom, že ve světlém poli je osvětlené zorné pole, ale při osvětlení v tmavém poli je zorné pole tmavé a osvětlený je pouze detail vyvolávající rozptyl světla. Tyto výhody tmavého pole se využívají k během pozorování jemných nekovových inkluzí. Tmavé pole je také velmi užitečné pro pozorování,

kde malé difúzní reflektující objekty, jako jsou trhliny, póry a dutiny jsou ve světlém poli vlivem přezáření nepozorovatelné. (Konečná a Fintová, 2010)



Obr. 34 tmavé pole (<http://www.mtfdca.szm.com>)

2 – rozptýlený svazek; 3 – objektiv; 4 – osvětlovací svazek; 5 – zrcadlo

7.3.3 Polarizované světlo

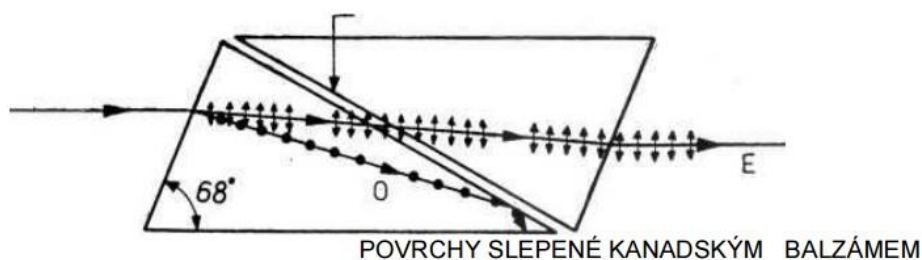
Světlo je elektromagnetické záření, u kterého vektory intenzity elektrického a magnetického pole kmitají kolmo na směr šíření a zároveň kolmo na sebe. U denního světla a většiny druhů umělých světel jsou kmity rozloženy rovnoměrně do všech rovin procházejících paprskem. Takové světlo není polarizováno. Jsou-li ovšem kmity omezeny na jedinou rovinu, je světlo lineárně polarizováno. Polarizace světla vzniká odrazem světla, absorpcí nebo dvojlomem. Nejpoužívanější v metalografii je polarizace dvojlomem pomocí Nicolova hranolu.

U hliníku, mědi, niklu a jejich slitin lze pomocí polarizovaného světla výrazně zvýšit kontrast jednotlivých zrn ve struktuře. Po naleptání se vytvoří na ploše reliéf, který se mění zrna od zrna. Na tomto reliéfu dochází k výrazným rozdílům ve zbarvení popřípadě v intenzitě odraženého světla. (Ptáček, 2003)

Polarizace dvojlomem

Lineárně polarizované světlo pro mikroskopii se získává nejčastěji pomocí dvojlomového krystalu, který je upraven tak, aby odstranil jeden z obou polarizovaných paprsků (obr. 35). Tento upravený krystal se nazývá Nicolův hranol. Krystal se kolmo rozřízne a plochy se po vyleštění slepí. Pokud dopadne paprsek na jednu z broušených ploch, tak se rozdělí na dva

paprsky. Paprsek E prochází rovnoměrně oběma krystaly a paprsek O je více odkloněn a poté se úplně odrazí. Oba tyto paprsky jsou rovinně polarizovány. (Jandoš a Říman, 1985)



Obr. 35 Polarizace světla Nicolem (www.mtfdca.szm.com)

7.3.4 Fázový kontrast

Metoda na zvýšení kontrastu je založena na interferenci fázově posunutých světelných vln. Výškové rozdíly na povrchovém reliéfu naleptaného vzorku způsobují fázová posunutí sousedních vln odraženého světla. To má vliv na změny jejich intenzit, které lze pomocí popisované metody zviditelnit. Odražené vlny se odlišují v amplitudách a intenzitě. Fázovým kontrastem lze zviditelnit výškové rozdíly na povrchu objektu od nejmenší hodnoty mezi 1 až 5 mm, ale není možné je pomocí této metody změřit. (Ptáček, 2003)

8 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Elektronový mikroskop slouží k pozorování a zvětšování velmi malých předmětů. Zásadní rozdíl oproti světelnému mikroskopu je ten, že elektronový mikroskop k zobrazování předmětů využívá místo světelného paprsku svazek elektronů. Elektrony jsou urychleny pomocí elektrického pole a místo skleněných čoček používá čočky elektromagnetické.

Elektronová mikroskopie představuje řadu výhod i nevýhod. Hlavní nevýhodou je velká pořizovací cena. K největším výhodám patří velmi velké zvětšení (až 1 500 000násobné), velké rozlišení a velká hloubka ostrosti. Elektronová mikroskopie poskytuje také možnost zjištění materiálového složení vzorku. (Čech Barabaszová, 2012)

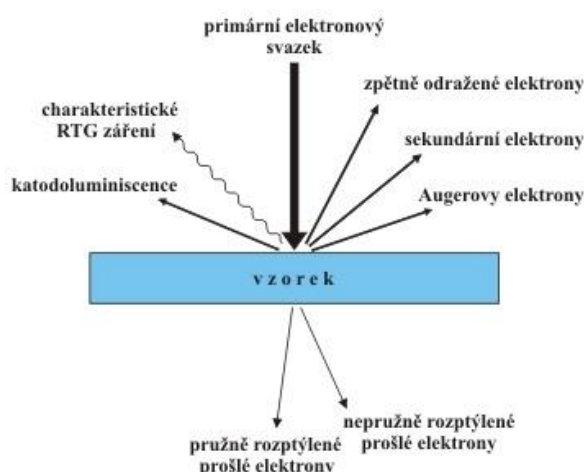
8.1 Elektronové záření a interakce elektronů se vzorkem

Elektronové záření je zařazeno do skupiny záření korpuskulárního. Paprsky procházejí elektrostatickým nebo elektromagnetickým polem a díky tomu mění svoji rychlost a směr. Pomocí cívek, nebo pomocí elektrostatických válců, kterými paprsky prochází, je možné ovládat jejich dráhu. Zdrojem elektronového paprsku jsou elektronová děla. Elektrony

vystupují na principu termoelektrického děje a ze žhavého vlákna jsou urychlovány směrem k anodě. Dále jsou upravovány soustavou čoček.

Primární svazek elektronů fokusovaný elektromagnetickými čočkami dopadá na povrch vzorku, kterým část elektronů projde. Část dopadajících elektronů opouští vzorek s malými energetickými ztrátami. Druhá část elektronů předává svou energii volným a vázaným elektronům. Vznikají tak jevy, které poskytují signály použitelné pro tvorbu obrazu v elektronovém mikroskopu. (*Jandoš a Říman, 1985*)

Pro správnou analýzu vzorku je důležitá jeho příprava. Podmínkou je dobrá vodivost povrchu. V elektronovém mikroskopu je vzorek ozařován elektrony o energii řádově stovek kW. Elektrony uvnitř vzorku postupují interakce pružné (se zanedbatelnou výměnou kinetické energie) a nepružné. Na obr. 36 můžeme vidět signály, které vznikají po dopadu svazku elektronů na vzorek. (*Ptáček, 2003*)



Obr. 36 signály vznikající při pozorování vzorku (www.fzu.cz)

8.2 Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

Transmisní elektronový mikroskop (obr. 37) je jedním z preferovaných mikroskopů určených pro sledování nanometrických objektů. Urychlovací napětí je volitelné a zvětšení 50 – 1 500 000násobné. Vzorek je zobrazován prostřednictvím svazku elektronů, které jím procházejí. Celý vzorek je prozařován najednou a detekují se elektrony na fluorescenčním stínítku po průchodu vzorkem. Zkoumaný předmět musí být dostatečně tenký, aby elektrony prošly skrze vzorek a nebyly jím pohlceny. Řezy předmětu musí mít tloušťku asi 50 nm. (*Čech Barabaszová, 2012*)

8.2.1 Osvětlovací soustava

Zdrojem urychlených elektronů je elektronové dělo. Skládá se ze žhaveného wolframového vlákna, Wehneltova válce a anody. Mezi anodou a katodou je vložen potenciální spád, které uděluje elektronům vysokou požadovanou energii a bude platit vztah:

$$E_k = eU = \frac{1}{2} m_e v^2$$

e je náboj elektronu

v je rychlost elektronu

m_e je hmotnost elektronu

Po dosažení rychlosti v z de Broglieova vztahu pro vlnovou délku elektronového záření $\lambda = h/m_e v$ dostaneme:

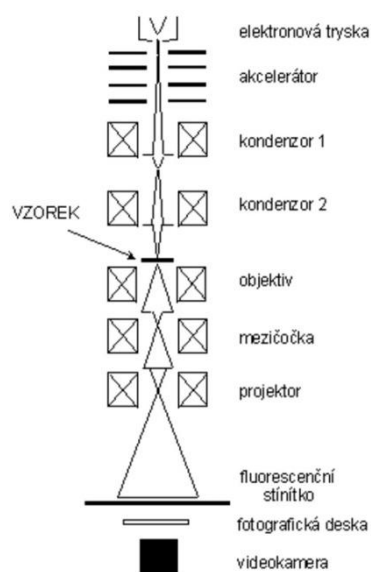
$$eU = \frac{1}{2} m_e \left(\frac{h}{m_e \lambda}\right)^2 = \frac{h^2}{2m_e \lambda^2}$$

a z toho:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_e eU}} \text{ [nm]}$$

Pokud do vzorce dosadíme konstantní veličiny m_e , e a h tak dostaneme pro vlnovou délku elektronového záření vztah, který charakterizuje závislost mezi vlnovou délkou a urychlovacím napětím. Ze vztahu vyplývá, že vlnová délka elektronového záření je závislá pouze na urychlovacím napětí.

Dalšími částmi osvětlovací soustavy je kondenzor, fokusuje a zužuje svazek záření a vytváří prostor mezi osvětlovací a zobrazovací soustavou. (Ptáček, 2003)



Obr. 37 schéma prozařovacího elektronového mikroskopu (<http://www.person.vsb.cz/>)

8.3 Vznik kontrastu

Kontrast je definován jako rozdíl intenzit záření prošlého vzorkem ve dvou zvolených sousedních místech. Snížení intenzity záření při průchodu stěnou tloušťky x popisuje základní zákon:

$$I = I_0 e^{-\mu x}$$

I_0 je intenzita záření dopadající na vzorek

I je intenzita záření prošlá vzorkem

μ je zeslabovací součinitel

V prozařovací elektronové mikroskopii se používá rychlých elektronů, tj. elektronů, které dosahují kinetické energie rovné několika desítkám, až tisícům ke V. Při dopadu elektronů na vzorek dochází k interakci elektronů s atomy vzorku, elektrony jsou rozptýlovány. Rozptyl elektronů se dělí na pružný, téměř pružný a nepružný. Pro vznik kontrastu má rozhodující vliv pružný rozptyl.

Absorpční kontrast

V amorfních látkách neexistuje mezi elektrony rozptýlenými na jednotlivých atomech žádný fázový vztah, a proto je možné při výpočtu rozptylu nahradit amorfni látku modelem navzájem nezávislých jednotlivých atomů. Tento kontrast se nazývá absorpční, protože je velmi podobný kontrastu ve světelné metalografii.

Difrakční kontrast

V krystalech je rozptyl elektronů na jednotlivých atomech koordinován. Dochází k odrazu elektronů na krystalových rovinách ve směrech daným Braggovým zákonem.

Fázový kontrast

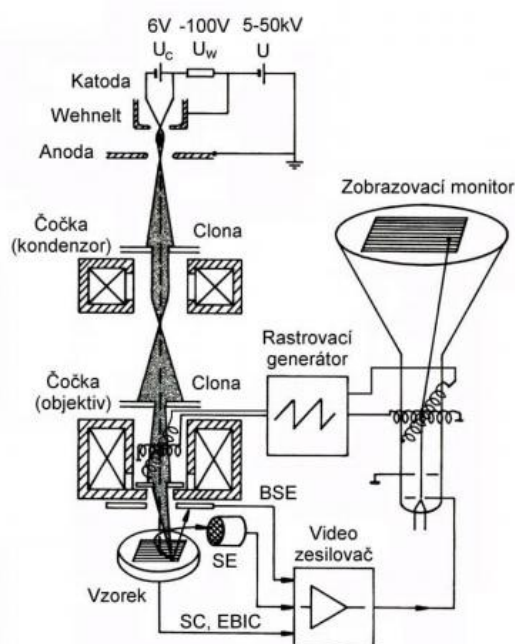
Fázový kontrast je možný jak na amorfních látkách, tak na krystalech. Fázový kontrast vzniká v prozařovací elektronové mikroskopii interferencí rozptýlených a nerozptýlených vln. Vztah mezi předmětem a obrazem není jednoduchý a ke správné interpretaci je zapotřebí porovnat obraz s teoretickými výpočty. (*Jandoš a Říman, 1985*)

8.4 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

Tento mikroskop pracuje ve vysokém vakuu (tlak 10^{-3} Pa). Vakuum je zapotřebí z toho důvodu, aby nedocházelo ke srážkám elektronů s atomy vzduchu. Rastrovací elektronová mikroskopie využívá pohyblivého svazku elektronů k vyvolání fyzikálního signálu. Elektrony vyzařované katodou a urychlené kladným napětím na anodě vytvářejí primární svazek elektronů, který je pomocí elektromagnetických čoček fokusován na povrchu vzorku. Elektronový svazek je nad vzorkem vychylován pomocí dvou navzájem kolmých systémů

vychylovacích cívek. Na cívky jsou přivedena periodická napětí, která umožňují, aby svazek probíhal řádek po řádku na zvolené ploše studovaného vzorku. Většina elektronů je odražena, část jich je pohlcena a část prochází skrz za vzniku několika druhů signálů, které je možné pozorovat a vyhodnocovat. V závislosti na druhu zpracovaného signálu je možno získat informace o povrchové topografii a morfologii útvarů vytvářejících povrchový reliéf, ale také o chemickém složení a o některých fyzikálních vlastnostech vzorku.

Výhodou SEM je vysoká rozlišovací schopnost při zachování velké hloubky ostrosti asi 3000krát lepší než u světelné mikroskopie. Výsledný obraz vypadá jako trojrozměrný. Zkoumat můžeme pouze povrch vzorku a je zapotřebí, aby tyto vzorky byly elektricky vodivé. (Vodárek, 2012)



Obr. 38 schéma rastrovacího elektronového mikroskopu (www.vutbr.cz)

Skenovací elektronová mikroskopie mimo možnosti studování struktury a morfologie materiálů umožňuje rovněž elektronovou mikroanalýzu. Ta poskytuje informaci o chemickém složení materiálu. To je možné získat na základě informací vzniklých z interakce s elektrony. To získáme na základě vzniku rentgenového záření nebo zpětně rozptýlených elektronů. Elektronová mikroanalýza zahrnuje dva způsoby, jak získat chemické složení vzorku:

- WDS: kde je sledován rozklad záření podle vlnových délek, kde úzké svazky rentgenových paprsků dopadají na krystalový detektor a jejich energie je dána Braggovým vztahem.

- EDS: využívá rentgenového záření k excitaci vnitřních elektronů. Vyhodnocuje se celé spektrum rentgenového záření zkoumaného ze vzorku. Tato metoda slouží hlavně ke stanovení těžších prvků. (Čech Barabaszová, 2012)

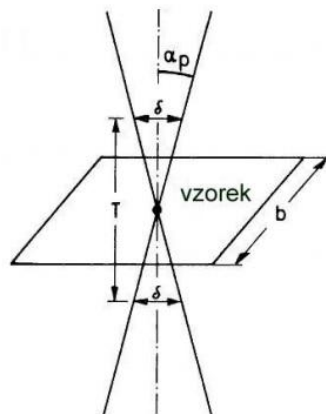
8.4.1 Hloubka ostrosti

Hloubka ostrosti souvisí s úhlovou aperturou objektivové čočky (obr. 39). Pokud bude d_b rozlišení na pozorovacím monitoru rovno hodnotě $d_b = 0,1$ mm, které odpovídá 1000 řádkům na ploše, potom je rozlišení na vzorku $\delta = d_b/M$. Z toho vyplývá, že všechny výškové intervaly na obr. 39 budou ostré. (Vodárek, 2012)

$$T = \frac{\delta}{\tan \alpha_p} = \frac{d_b}{\alpha_p M}$$

d_b je rozlišení na pozorovacím monitoru

M je zvětšení



Obr. 39 Hloubka ostrosti (www.person.vsb.cz)

Hloubka ostrosti závisí na celkovém zvětšení, vstupním úhlu primárního svazku, rozlišitelné vzdálenosti a rozlišovací schopnosti lidského oka. Ve srovnání se světelnými mikroskopy je hloubka ostrosti u rastrovacích mikroskopů několikanásobně vyšší. Metoda SEM se proto používá pro studium velmi členitých povrchů např. lomových ploch. Výhodou je také možnost vkládání do přístroje vzorky větších rozměrů. (Ptáček, 2003)

9 ZÁVĚR

Metalografie patří mezi základní vědní disciplíny nejen ve strojírenské praxi. Veškerá výroba strojních součástí je závislá na kvalitě vstupních materiálů. Rovněž neustále se zvyšující trend rychlosti výroby sebou přináší nové problémy ve vhodnosti používaných materiálů. V oblasti třískového obrábění, tváření nebo slévárenství jsou do praxe zařazovány nové postupy, které vyžadují vyšší přesnosti výroby, vyšší obráběcí rychlosti ale také lepší mechanické vlastnosti použitých nástrojů.

Praktickou metalografii lze tedy rozdělit do několika dílčích oblastí. Prvotním kritériem je dané zvětšení, které je použito pro hodnocení součásti, vady, struktury materiálu. Při makroskopickém pozorování, které je stanoveno se zvětšením max. 48× lze hodnotit vady v materiálu. Jedná se o testování svarových spojů, jejich zápalů na okraji svarové housenky, nebo naopak při hodnocení kvality provaření kořene. Rovněž toto zvětšení je vhodné pro pozorování a hodnocení charakteristiky lomové plochy například po zkoušce rázové houževnatosti. Jestliže je nutné sledovat a hodnotit vnitřní mikrostrukturu, zvětšení daného preparátu se pohybuje již nad 200×. Toto zvětšení se využívá například ve slévárenství, pro hodnocení tvaru a četnosti grafitových fází v kovové matici. U vyšších zvětšení lze již důkladně hodnotit jednotlivé strukturální fáze po tepelném zpracování daného materiálu. Světelná mikroskopie se obvykle využívá až do zvětšení 1 500×, jelikož je limitována vlnovou délkou světla. Při nutnosti použití vyššího zvětšení k určení a identifikaci strukturálních fází je nutno využít elektronovou mikroskopii. Metody EDS a SEM mají primární zastoupení v analýzách chemického složení daného materiálu a identifikaci intermetalických fází, které vznikají na základě tepelně – chemických změn v materiálu.

Jednotlivé metody a přípravy metalografických preparátů jsou v bakalářské práci detailně popsány. Metalografické analýzy lze tedy zařadit nejen do kategorie prvotních charakteristik materiálu, ale především jako výstupní kontrolu kvality strojírenských výrobků.

10 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2., opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-7204-283-1.
- HLUCHÝ, Miroslav a Jan KOLOUCH. *Strojírenská technologie I*. 4., rev. vyd. Praha: Scientia, 2007. ISBN 978-80-86960-26-5.
- HLUCHÝ, Miroslav, Rudolf PAŇÁK a Oldřich MODRÁČEK. *Strojírenská technologie I*. 3. přeprac. vyd. Praha: Scientia, 2002. ISBN 80-7183-265-0.
- PLUHAŘ J. a KOLEKTIV. *Nauka o materiálech*. Praha: SNTL, 1989.
- DILLINGER, Josef. *Moderní strojírenství pro školu i praxi*. Vyd. 1. Praha: Europa-Sobotáles, 2007. ISBN 978-80-86706-19-1.
- MOHYLA, Miroslav. *Strojírenské materiály I*. 2. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2003. ISBN 80-248-0270-8.
- MICHNA, Štefan a Sylvia KUŠMIERCZAK. *Praktická metalografie*. V Ústí nad Labem: Univerzita J.E. Purkyně, 2012. ISBN 978-80-7414-503-2.
- SILBERNAGEL, Arnošt. *Struktura, vlastnosti, zkoušení a použití kovů*. Vyd. 1. Ostrava: Kovosil, 2011. ISBN 978-80-903694-6-7.
- JANDOŠ, František a Říša ŘÍMAN. *Využití moderních laboratorních metod v metalografii*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1985.
- ČECH BARABASZOVÁ, Karla. *Vybrané instrumentální metody analýzy materiálů a nanomateriálů*. Vyd. 1. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2012. ISBN 978-80-7204-810-6.
- SKÁLOVÁ, Jana, Rudolf KOVAŘÍK a Vladimír BENEDIKT. *Základní zkoušky kovových materiálů*. Vyd. 2. Plzeň: Západočeská univerzita, 1995. ISBN 80-7082-232-5.
- ŠEBESTOVÁ, Hana. *Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii*. online [cit. 2016-04-17]. Dostupné na <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/znm2-1.pdf>
- VODÁREK, Vlastimil. *Metody studia struktury*. online [cit. 2016-04-9]. Dostupné na <http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/MSS/Metody%20studia%20struktury.pdf>
- KONEČNÁ, Radomila a Stanislava FINTOVÁ. *Praktická metalografie*. online [cit. 2016-03-21]. Dostupné na http://kmi2.uniza.sk/wpcontent/uploads/2010/10/Prakticka_Metalografia.pdf
- HRUBÝ, Vojtěch, Petr JONŠTA a Arnošt SILBERNAGEL. *Navrhování kovových materiálů pro různé výrobky*. 1. vyd. Ostrava: Kovosil, 2008. ISBN 978-80-903694-2-9.

11 SEZNAM POUŽITÝCH OBRÁZKŮ

Obr. 1 Základní krystalové buňky nejčastějších mřížek kovů (www.mog.wz.cz/fyzika/)	12
Obr. 2 Poruchy krystalové mřížky (http://mog.wz.cz/fyzika)	13
Obr. 3 křivka chladnutí čistého železa (www.strojnilyceum.wz.cz)	14
Obr. 4 mikrostruktura oceli W.Nr.1.2843 (www.svanda.webz.cz)	13
Obr. 5 rovnovážný diagram železo - uhlík (www.fyzika.upol.cz)	15
Obr. 6 Litina s grafitem ve formě lupínků (www.esterer-giesserei.de)	16
Obr. 7 Litina s uhlíkem ve tvaru kuliček (<i>vlastní archiv</i>)	16
Obr. 8 struktura duralu s dendrity α , v mezi dendritických oblastech fáze CuAl_2	17
Obr. 9 struktura slitiny CuSn12 (www. http://old.vscht.cz)	18
Obr. 10 Schéma přípravy vzorku (www.old.vscht.cz)	20
Obr. 11 přesná rozbrušovací pila (www.struers.cz)	21
Obr. 12 drsnost povrchu po různém dělení (<i>Michna a Kuśmierczak, 2012</i>)	21
Obr. 13 stroj pro lisování (<i>vlastní archiv</i>)	22
Obr. 14 zalévání za studena (www.vscht.cz)	22
Obr. 15 princip broušení (<i>Konečná, 2010</i>)	23
Obr. 16 deformovaná Bielbyho vrstva (<i>Konečná, 2010</i>)	23
Obr. 17 automat na broušení a leštění metalografických vzorků (<i>vlastní archiv</i>)	24
Obr. 18 speciální brusný kotouč (<i>vlastní archiv</i>)	24
Obr. 19 konečná úprava metalografického vzorku (<i>vlastní archiv</i>)	25
Obr. 20 Princip elektrolytického uspořádání (<i>Michna a Kuśmierczak, 2012</i>)	25
Obr. 21 vznik anodického filmu (<i>Michna a Kuśmierczak, 2012</i>)	25
Obr. 22 Rozdílná orientace krystalové mřížky jednotlivých zrn po odstranění deformované vrstvy (<i>Michna a Kuśmierczak, 2012</i>)	26
Obr. 23 Struktura mosazného ložiska před leptáním (<i>vlastní archiv</i>)	27
Obr. 24 Struktura mosazného ložiska po leptání. (<i>vlastní archiv</i>)	27
Obr. 25 Náhodně distribuované kulové částice v prostoru a rovinný řez vzorkem (www.person.vsb.cz)	28
Obr. 26 schéma stanovení lineárního zlomku (www.person.vsb.cz)	29
Obr. 27 metoda počítání zrn (www.kmi2.uniza.sk)	30
Obr. 28 sulfidický vměstek (www.vutbr.cz)	32
Obr. 29 měření mikrotvrlosti Vickersem Hv 0,1 (<i>vlastní archiv</i>)	33
Obr. 30 Knoopův indentor a tvar vpichu (<i>Konečná a Fintová, 2010</i>)	33

Obr. 31 schéma průchodu světelných paprsků metalografickým mikroskopem (<i>Konečná a Fintová, 2010</i>).....	34
Obr. 32 sférická vada čočky 1 (www.person.vsb.cz)	36
Obr. 33 světlé pole (www.mtfdca.szm.com)	37
Obr. 34 tmavé pole (http://www.mtfdca.szm.com).....	38
Obr. 35 Polarizace světla Nicolem (www.mtfdca.szm.com).....	39
Obr. 36 signály vznikající při pozorování vzorku (www.fzu.cz)	40
Obr. 37 schéma prozařovacího elektronového mikroskopu (http://www.person.vsb.cz/)	41
Obr. 38 schéma rastrovacího elektronového mikroskopu (www.vutbr.cz)	43
Obr. 39 Hloubka ostrosti (www.person.vsb.cz)	44