

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE

INSTITUTE OF MANUFACTURING TECHNOLOGY

BAREVNÁ METALOGRAFIE SLÉVÁRENSKÝCH SLITIN

COLOR METALLOGRAPHY OF FOUNDRY ALLOYS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR **Bc. Pavel Nekuda**

Ing. Václav Kaňa, Ph.D.

BRNO 2022



Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav strojírenské technologie
Student:	Bc. Pavel Nekuda
Studijní program:	Slévárenská technologie
Studijní obor:	bez specializace
Vedoucí práce:	Ing. Václav Kaňa, Ph.D.
Akademický rok:	2021/22

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 diplomové práce:

Barevná metalografie slévárenských slitin

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Barevné leptání lze zařadit mezi metody fázové analýzy. Umožňuje rozlišovat a případně i kvantifikovat různé strukturní součásti. Pro pozorování struktur pak není třeba speciální přístrojové vybavení, ale postačí běžný metalografický světelný mikroskop. Vzorky je však před pozorováním nutné leptat pomocí speciálních leptadel. Zásadní je pak jejich správný výběr a použití podle požadovaného efektu a zkoumaného materiálu.

Cíle diplomové práce:

Cílem práce je sestavit literární rešerši pojednávající o možnostech a postupech použití barevné metalografie, zejména u slévárenských slitin. Bude provedena také série experimentů ověřující informace z literárních zdrojů v laboratorní praxi.

Seznam doporučené literatury:

SKOČOVSKÝ, P., T. PODRÁBSKÝ. Farebná metalografia zliatin železa. Žilina: Žilinská univerzita, 2001. ISBN 80-7100-911-3.

JANDOŠ, F., R. ŘÍMAN, A. GEMPERLE, B. TILL. Využití moderních laboratorních metod v metalografii. SNTL, 1985, 384 s.

KRYSTÝNOVÁ, M. Metalografie korozivzdorných ocelí. Brno, 2014. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická.

VANDER VOORT, G.F. Metallography: Principles and Practice, McGraw-Hill Book Co., NY, 1984 and ASM International, Materials Park, Ohio, 1999. ISBN 0-87170-672-5.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2021/22

V Brně, dne

L. S.

Ing. Jan Zouhar, Ph.D. ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D. děkan fakulty

ABSTRAKT

Teoretická část práce se zabývá především přípravou a aplikací nejpoužívanějších barevných leptadel, přičemž v praktické části je poté u vybraných činidel testována jejich použitelnost. Získané výsledky jsou navíc porovnávány s poznatky získanými z předcházejících výzkumných prací. Pozornost byla zaměřena hlavně na leptání vzorků legovaných litin činidly Beraha I, Beraha-Martenzit a Beraha CdS s cílem nalézt optimální způsob barevného leptání ADI litin. Tyto vzorky se od sebe lišily svým chemickým složením i tloušťkou stěny výchozího Y-bloku. Byla také provedena obrazová analýza, kde byly na mikrostrukturách zjišťovány hodnoty velikostí jednotlivých barevných ploch získaných díky činidlu Beraha I. Praktická část se však rovněž zabývá i aplikací Weckova činidla na dvou vzorcích siluminů AlSi7Mg, přičemž pouze jeden z nich byl tepelně zpracovaný.

Klíčová slova

barevné leptání, metalografie, Beraha, Weck, ADI litina, silumin

ABSTRACT

The theoretical part of the diploma thesis deals with the preparation and application of the most common color etchants and in the practical part, the applicability of selected reagents is tested. The obtained results are compared with the findings obtained from previous research works. Attention was mainly focused on etching samples of alloyed cast irons with Beraha's I, Beraha-Martensite and Beraha's CdS reagents in order to find the optimal method of color etching of austempered ductile iron. These samples differed in their chemical composition and wall thickness of the initial Y-block. Image analysis was also performed, where the sizes of the individual color areas, obtained by the Beraha's I reagent, were determined on the microstructures. The practical part of the thesis also deals with the application of Weck's reagent on two samples of AlSi7Mg silumin, while only one of them was heat treated.

Key words

color etching, metallography, Beraha, Weck, ADI, silumin

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

NEKUDA, Pavel. *Barevná metalografie slévárenských slitin* [online]. Brno, 2022 [cit. 2022-05-20]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/140372. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce Václav Kaňa.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma Barevná metalografie slévárenských slitin vypracoval samostatně s využitím uvedené literatury a podkladů, na základě konzultací a pod vedením vedoucího práce.

místo, datum

Pavel Nekuda

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji tímto Ing. Václavu Kaňovi, Ph.D. za cenné připomínky a rady, které mi poskytl při vypracování diplomové práce. Dále bych rád poděkoval doc. Ing. Bohumilovi Pacalovi, CSc. za odborné konzultace při zpracování mé diplomové práce.

Obsah

ÚVOD	9
1 PŘÍPRAVA METALOGRAFICKÝCH VZORKŮ	10
1.1 Odběr a předpříprava vzorků	10
1.2 Broušení	11
1.3 Leštění	12
1.4 Způsoby leptání	14
2 PRINCIP BAREVNÉHO LEPTÁNÍ	15
3 NEJPOUŽÍVANĚJŠÍ BAREVNÁ LEPTADLA	17
3.1 Pyrosiřičitanová leptadla	17
3.1.1 Leptání podle Klemma	17
3.1.2 Leptání podle Beraha	19
3.1.3 Leptání podle Lichteneggera-Bloecha	23
3.1.4 Leptání podle Bloecha-Wedla	25
3.2 Molvbdenová leptadla	25
3.2.1 Molybdenan sodný	25
3.2.2 Molybdenan amonný	26
3.2.3 Kyselina molybdenová	
3.3 Horká leptadla	
3.3.1 Pikrát sodný	
3.3.2 Chroman sodný	
3.4 Weckovo leptadlo	
3.4.1 Leptání slitin Al podle Wecka	
3.4.2 Leptání slitin Ti podle Wecka	32
4 PRAKTICKÁ ČÁST	
4.1 Příprava litinových vzorků	
4.1.1 Odřezání vzorků	
4.1.2 Zalisování vzorků do prvskyřice a broušení	
4.2 Leptání litinových vzorků podle Beraha La Beraha-Martenzit	
4.2.1 Příprava leptadla Beraha I	34
4.2.2 Příprava leptadla Beraha-Martenzit	35
4 2 3 Anlikace lentadla Beraha I	35
4.2.4 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků po aplikaci Beraha I	36
4.2.5 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků po aplikaci Beraha-Martenzit	50
4.2.6 Obrazová analýza vzorků	57
4 3 Leptání litinových vzorků podle Beraha CdS	61
4.3.1 Příprava leptadla Beraha CdS	61
4.3.2 Aplikace leptadla Beraha CdS	
4.3.3 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků	62
4.4 Leptání vzorků ze slitin Al podle Wecka	65
4.4.1 Příprava Weckova leptadla	65
4 4 2 Anlikace Weckova lentadla	65
4.4.3 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků	65
ZÁVĚR	70
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	75

ÚVOD

Na materiály používané v moderním strojírenství jsou neustále kladeny čím dál větší nároky na jejich mechanické i fyzikální vlastnosti. Vývoj nových typů materiálů a zlepšování vlastností dosavadních vedlo k vývoji a častějšímu využívání různých barevných technik sledování struktury, které by zlepšily barevný kontrast za použití pouze světelné mikroskopie a tím zviditelnily co nejvíce detailů v mikrostruktuře, neboť přirozená chromatičnost jednotlivých fází poskytuje pouze omezené možnosti v pozorování.

Způsobů, které se pro získání barevného kontrastu struktury materiálu používají, je několik. Kromě uplatnění polarizovaného světla, diferenciálního interferenčního kontrastu a napařování interferenčních vrstev jsou v posledních cca 100 letech prováděny výzkumy v oblasti vývoje barevných leptadel. Doposud byla publikována řada různých článků, zkoumajících jejich metody a použití, což vedlo k objevení spousty rozličných variant jejich chemického složení a postupů přípravy. Většina z těchto leptadel nese název po vědcích, jež určitým způsobem významně přispěli k jejich vzniku. Příkladem je Dr. Emanuel Beraha, specializující se na vývoj barevných leptadel pro vysoce legované oceli a materiály odolné vůči vysokým teplotám, jehož práce byly spolu s B. Shpiglerem publikovány v díle *Color Metallography (1977)* a jehož jméno nese pravděpodobně nejpoužívanější barevné leptadlo pro slitiny na bázi železa – Beraha. Tato publikace je doposud často citována různými výzkumníky v oblasti jejich výzkumu a vývoje barevného leptání.

1 PŘÍPRAVA METALOGRAFICKÝCH VZORKŮ

Stejně jako u jiných typů leptání, je třeba vzorek před aplikací barevného leptadla a následnou analýzou jeho mikrostruktury řádně připravit. Struktura daného výbrusu musí navíc věrohodně reprezentovat strukturu celé součásti. Aby nedošlo k ovlivnění struktury pozorovaného vzorku, je nutné dodržovat při jeho přípravě určitá pravidla, neboť je zde nebezpečí, že struktura daného výrobku může být částečně nebo zcela ovlivněna například zahřátím, kdy dojde k fázové přeměně, nebo plastickou deformací. Příprava před světelnou mikroskopií není však tak náročná v porovnání s jinými analytickými metodami, jako je například elektronová mikroskopie. [1; 2]

1.1 Odběr a předpříprava vzorků

Co se volby místa odběru týče, neexistuje jednoznačný návod kde a jakým způsobem vzorky vybírat, neboť postup výběru pro metalografickou analýzu se může lišit podle toho, zda se hodnotí litá struktura odlitku, kompozitní materiál, svarový spoj, povrchově upravená vrstva součásti či dokonce výrobek práškové metalurgie. Postup se může lišit také v případě, kdy je navíc požadováno zkoumání materiálu z hlediska jeho makrostruktury. [3]

Existuje několik možností, jak lze vzorek z výrobku odebrat. Volba způsobu odběru závisí převážně na typu materiálu. U měkkých materiálů lze použít řezání, odvrtání i frézování s dostatečným chlazením vzorku. V případě tvrdých hůře obrobitelných materiálů lze použít rozbrušování brusným kotoučem, případně pomocí elektrojiskrových řezaček. Naopak křehké materiály stačí naříznout a urazit. V případě, že se analýza provádí u výrobku s defektem, odběr je prováděn v místě vzniku této vady. Každopádně je třeba mít na paměti, aby nedošlo k tepelnému ovlivnění zkoumané struktury. Proto se doporučuje držet se při řezání a následujících postupech přípravy vzorků pod teplotami cca 200 °C. Použití kyslíku nebo oblouku k odběru vzorku je proto nevhodné. [1; 2; 3]

Dále se v laboratoři doporučuje zkoumaný výbrus viditelně razidly nebo elektrickou jiskrou označit specifickým kódem, jenž vyjadřuje, z jakého výrobku a z kterého místa byl daný vzorek odebrán. [2]

Jelikož často mívá materiál po odřezání ze součásti velmi nerovný povrch, je vhodné výbrus ještě před zalisováním do pryskyřice nahrubo vybrousit. Dojte tak k vyrovnání povrchu do rovinného tvaru a to buď ručně, nebo pomocí brusných kotoučů. [2]

Následuje preparace vzorku, kdy se provede samotné zalití nebo zalisování materiálu za tepla nebo za studena do pryskyřice, která se následně samovolně vytvrdí. Tento krok je důležitý zejména v případě menších vzorků, které by se jinak velmi nepohodlně držely v ruce. Mezi současně nejpoužívanější pryskyřice patří technický dentacryl. Jedná se v podstatě o metylmetakrylátovou pryskyřici dodávanou ve formě sypkého prášku, která se ve spojení s tvrdidlem nalije na pozorovaný vzorek a vytvrdí. Další alternativou může například být pryskyřice epoxydová, bakelitová či akrylová. Akrylové pryskyřice však mají nízkou tvrdost a poměrně velké smrštění, což může mít za následek zhoršené zafixování vzorku. Na obr. 1 je příklad vzorku zalitého do pryskyřice na bázi metylmetakrylátu s keramickým plnivem za studena. [2; 3]



Obr. 1 Vzorek zalitý do pryskyřice za studena [4].

1.2 Broušení

Hlavní cíl broušení spočívá v odstranění vrstvy materiálu poškozeného řezáním. Tento proces lze rozdělit na broušení rovinné a jemné. V minulosti se provádělo převážně broušení za sucha, což mělo za následek větší nebezpečí ovlivnění struktury. Proto se v současné době od tohoto způsobu ustupuje a dává se přednost broušení za mokra, kdy je vzorek současně chlazen vodou. [2; 3]

Pokud jde o zrnitost brusných papírů, používají se nejčastěji dvě normy: evropská norma FEPA (Federation of European Producers of Abrasives) a americká ANSI (Americal National Standard Institute). Normy FEPA má na starosti stejnojmenná francouzská organizace založená roku 1955, která normy EN a ISO týkající se brusiva shromažďuje a provádí jejich revizi. Brusiva označuje písmenem "P", za kterým následuje číslo, které udává samotnou zrnitost brusného papíru. Číselná hodnota představuje počet otvorů v sítě, kterým je brusivo prosíváno, na jeden čtvereční palec, přičemž pro rovinné broušení středně a vysoce tvrdých vzorků, mezi které patří například ocel, se doporučuje používat papíry s oxidem hlinitým o zrnitosti v rozmezí P60 až P150. Jedná-li se o měkký materiál, použije se brusivo ve formě karbidu křemíku (obr. 2) o zrnitosti P80 až P200. Poté se ještě vzorek karbidem křemíku jemně brousí papíry s řádově menší zrnitostí P4000, kde jednotlivé částice mají velikost kolem 5 μm. [2; 3; 5]



Obr. 2 Brusné papíry z SiC [6].



Obr. 3 Poloautomatická bruska AutoMet 250 s vodním chlazením [7].

V závislosti na podmínkách broušení, jako jsou např. velikost brusného zrna, teplota, rychlosti broušení a tlaku působícího na vzorek, může vznikat na výbrusu tenká nepříznivá deformačně zpevněná vrstva materiálu, která může zcela pozměnit původní strukturu vzorku do té míry, že zcela znemožní její studium. Uvádí se, že tato vrstva, dříve známá jako Beilbyho vrstva, může mít tloušťku v rozmezí 0,1 mm až jedna šestina průměrné velikosti zrn brusiva a její vznik lze částečně potlačit intenzivním chlazením vzorku. Na obr. 3 je příklad brusky s vodním chlazením. [2; 8]

Kromě karbidu křemíku a oxidu hliníku existují i jiné typy brusných materiálů, které jsou uvedeny v tab. 1 včetně jejich tvrdostí. [3]

Brusivo	Tvrdost podle Vickerse
SiO ₂	850
Garnet (Al ₂ O ₃)	1 000
ZrO ₂	1 150
$ZrO_2-Al_2O_3$	1 500
Al ₂ O ₃	2 000
BC	2 000
CBN	2 750
Diamant	8 000

Tab. 1 Používané typy brusiva a jejich tvrdosti. [3]

1.3 Leštění

Leštění představuje nejnáročnější krok přípravy vzorku před samotným leptáním. Cílem je odstranit rýhy po předchozím broušení a získat tak rovný zrcadlový povrch. Existují tři způsoby leštění povrchu: mechanický, chemický a elektrolytický. [2]



Obr. 4 Vznik Beilbyho vrstvy při mechanickém leštění [2].

Při mechanickém procesu se využívá jemného prášku (nejčastěji Al₂O₃, Cr₂O₃, MgO nebo diamantové pasty) ve vodní suspenzi. Na rozdíl od broušení není povrch výbrusu odebírán, ale dochází k vyrovnávání jeho struktury pomocí zrn deskovitého tvaru. Je zde však opět riziko vzniku nežádoucí Beilbyho vrstvy (obr. 4), a tudíž je potřeba během procesu leštění povrch vzorku intenzivně chladit. Vznikne-li při leštění tato vrstva, lze jí odstranit až při následujícím leptání vzorku. [1; 2]



Obr. 5 Princip elektrolytického leštění vzorku [1].

Elektrolytické leštění používá princip elektrolýzy, kdy je vzorek ponořen do elektrolytu a přiveden elektrický proud. Na nerovnostech vzorku, který poté tvoří anodu, se začne vytvářet tenká vrstvička produktů a zároveň se na výstupcích začne soustřeďovat proud, což má za následek rozpouštění těchto výstupků a vyhlazování povrchu vzorku. Schéma procesu elektrolytického leštění je uveden na obr. 5. Tento proces leštění má oproti mechanickému způsobu své výhody, mezi které patří jednak větší rychlost leštění, ale také odstraňuje Beilbyho vrstvu vytvořenou mechanickým broušením z předchozí operace. Velkou nevýhodou je však skutečnost, že přitom současně dochází k naleptávání struktury, a proto se tento způsob leštění používá spíše pro měkké materiály, u kterých se snadno tvoří rýhy a silná Beilbyho vrstva. [1; 3; 8]

Chemické leštění je velice podobný proces jako leštění elektrolytické s tím rozdílem, že je vzorek ponořen do směsi kyselin. Dochází přitom k chemickým reakcím za vzniku sloučenin s pasivačním účinkem, které jsou usazovány v prohlubních vytvořených při broušení. Tímto způsobem je povrch vzorku nakonec vyhlazen. [1]

1.4 Způsoby leptání

Jakmile je vzorek vyleštěn, obvykle následuje jeho leptání. Obecně lze proces leptání rozdělit do tří základních skupin: [2]

- chemické leptání,
- elektrochemické (elektrolytické) leptání,
- tepelné leptání.

Při chemickém leptání dochází na původně rovinném povrchu výbrusu buď k tvorbě reliéfu, nebo ke vzniku produktů z reakcí. Tato leptadla jsou složena ze směsí kyselin s oxidačními nebo redukčními činidly. Povrch vzorku by měl být dokonale vyleštěný a čistý. Chemické leptání lze dle typu vyvolání struktury dále rozdělit na: [2; 3]

- leptání na hranice zrn,
- plošné leptání,
- barevné leptání.

Při barevném leptání, jak již bylo dříve uvedeno, vzniká na povrchu vzorku tenká průhledná vrstva, plnící funkci interferenčního povlaku. V některých případech se navíc doporučuje vzorek předleptat Nitalem (např. Beraha PbS). Tak jako každá jiná metoda má barevné leptání i určité nevýhody a omezení. Pravděpodobně mezi nejvýznamnější nevýhody tohoto leptání patří bezesporu časově náročná příprava leptadel (u některých se vyžaduje až 24 hod) a jejich omezená doba použití. Dále se uvádí, že následná analýza by měla probíhat pod vedením zkušené osoby, aby se případně zabránilo chybným interpretacím naleptané struktury, a v případě nesprávného naleptání povrchu vzorku není opětovné leptání možné a je potřeba metalografický výbrus znovu přeleštit. Ostatní metody leptání nejsou cílem této práce, a proto zde nebudou dále rozebírány. [9; 10; 11]

2 PRINCIP BAREVNÉHO LEPTÁNÍ

Při barevném leptání vzniká reakcí mezi povrchem kovového vzorku a naneseným leptadlem tenká transparentní vrstva o tloušť ce 0,04 až 0,50 µm, skládající se z oxidů, sulfidů nebo komplexních molybdenanových sloučenin. Tloušť ka této vrstvy závisí jak na chemickém složení leptaného materiálu, tak i na chemickém složení leptadla a době leptání. [11; 12]

Viditelné světlo představuje elektromagnetické záření o vlnové délce λ přibližně 430 nm (fialová) až 690 nm (červená). Světelné vlny dopadající na povrch vzorku se poté odrážejí od povrchu tohoto tenkého filmu na rozhraní vrstva-vzduch a částečně prostupují touto vrstvou a odrážejí se až od rozhraní vrstva-kov (obr. 6). To způsobí fázový posun φ obou těchto světelných vln (dráha i fáze vln jsou různé) a dochází k interferenci světla, která závisí na vlnové délce světelného zdroje, tloušťce vytvořené vrstvy a na indexu lomu vrstvy. [11; 12; 13; 14]



Obr. 6 Princip interference na rozhraní vzduch-vrstva-kov [13].

Poté může nastat několik případů. Interference dvou světelných vln může být úplně konstruktivní ($\varphi = 0$ rad), úplně destruktivní ($\varphi = \pi$ rad), příp. částečně konstruktivní nebo částečně destruktivní. Světelné paprsky odrážející se od fázového rozhraní vrstva-kov navíc procházejí transparentním filmem dvakrát (tam a zpátky). Urazí tedy dráhu rovnou dvojnásobku tloušťky vrstvy (2d) a to za dobu: [15; 16]

$$t = \frac{2d}{\nu},\tag{2.1}$$

kde: t - čas [s] d - tloušťka vrstvy (povlaku) [m] v - rychlost šíření světelné vlny v povlaku [m/s]

Pro index lomu obecně platí vztah: [14]

 $n = \frac{c}{v'},$ kde: n - index lomu světla [-] c - rychlost světla ve vakuu [m/s]
(2.2)

Dosadíme-li vztah (2.2) do (2.1), dostáváme vztah pro dobu, kterou potřebuje světelná vlna k uražení dráhy **2d**: [15]

$$t = \frac{2nd}{c}.$$

Výraz v čitateli ve vztahu (2.3) (tj. **2nd**) nazveme tzv. optickou dráhou světla, pro kterou v případě konstruktivní interference platí vztah: [15]

$$2nd = (2k-1)\frac{\lambda}{2},$$
 (2.4)

 $\begin{array}{cccc} kde: & k & - & libovolné přirozené číslo [-] \\ \lambda & - & vlnová délka [m] \end{array}$

Ze vztahu (2.4) poté vyplývá, že konstruktivní interference nastane tehdy, je-li tloušťka vrstvy rovna:

$$d = (2k-1)\frac{\lambda}{4n}.\tag{2.5}$$

V případě destruktivní interference platí: [15]

$$2nd + \frac{\lambda}{2} = (2k+1)\frac{\lambda}{2},$$
(2.6)

což po úpravě dává vztah pro tloušťku vrstvy:

$$d = k \frac{\lambda}{2n} \tag{2.7}$$

Pokud například tloušťka daného povlaku odpovídá interferenci zeleného světla, je zelená barva z odraženého světla eliminována a tím pádem je možno vidět pouze fialovou barvu, představující doplňkovou barvu zelené. [12]

3 NEJPOUŽÍVANĚJŠÍ BAREVNÁ LEPTADLA

Používaných leptadel pro barevnou metalografii je celá řada. Jejich chemické složení a postup přípravy jsou voleny tak, aby vytvořily na povrchu vzorku barevné povlaky s měnící se tloušťkou v intervalu 0,04 až 0,50 µm. Zároveň musí být možno přípravu leptadel reprodukovat. Každé z leptadel má při metalografické analýze jiné možnosti aplikace. [11; 12]

Obr. 7 ukazuje základní rozdělení nejčastěji používaných leptadel: pyrosiřičitanová, molybdenová a leptadla na bázi chromanu sodného nebo pikrátu sodného, která spadají do skupiny horkých leptadel, neboť se na vzorek nanášejí v horkém stavu. [11]



Obr. 7 Rozdělení základních typů leptadel [11].

3.1 Pyrosiřičitanová leptadla

3.1.1 Leptání podle Klemma

Prvním typem pyrosiřičitanového leptadla je leptadlo Klemm. Jeho přípravu lze rozdělit na přípravu základního roztoku smícháním thiosíranu sodného ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) s destilovanou vodou a přípravu samotného leptadla z roztoku a přísady tvořící pyrosiřičitan draselný ($K_2S_2O_5$). Je nutné mít na paměti, že hotové leptadlo má omezenou dobu použití. Uvádí se, že účinnost leptadla Klemm je asi 24 hodin. Před procesem leptání je doporučeno vzorek do leptadla vkládat mokrý (nanesením malého množství destilované vody na povrch vzorku před jeho ponořením do leptadla) a na konci procesu vydatně opláchnout vodou, což ještě více podpoří oxidační účinek leptadla a zvýší barevný kontrast povrchu vzorku. Leptá se při pokojové teplotě. Existuje několik modifikací tohoto leptadla: Klemm I, Klemm II a Klemm III. Jejich chem. složení je uvedeno v tab. 2. [9; 11]

	Roztok Přísada (na 100 ml		na 100 ml roztoku)
	Nasycený vodný roztok Na ₂ S ₂ O ₃	$K_2S_2O_5$	Destilovaná H ₂ O
KLEMM I	50 ml	1 g	-
KLEMM II	50 ml	5 g	-
KLEMM III	5 ml	20 g	45 ml

Tab. 2 Chemické složení leptadla Klemm I, Klemm II a Klemm III. [9]

Pro nízkouhlíkové oceli a grafitické litiny se používá leptadlo typu Klemm I. U ocelí se obecně leptá asi 1 až 2 min. Klemm I, jak lze vidět na obr. 8, zde tmavě zbarvuje zrna feritu a karbidům ponechává jejich bílou barvu. V případě grafitických litin se obecně leptá déle – cca 4 až 5 min. Zde leptadlo zviditelňuje odmíšení hlavních prvků, které bývají rozpuštěny v austenitu a feritu. Dále, jak některé zdroje uvádí, je toto leptadlo možno použít i pro Zn a jeho slitiny. [9; 11]



Obr. 8 Aplikace leptadla Klemm I na feritickoperlitickou strukturu oceli (zvětšeno 1000x) [17].



Obr. 9 Bainitická ocel po 120 s leptání pomocí Klemm I s orientací zrn <100> (modrá) [18].

V roce 2017 publikovali rakouští vědci S. Reisinger, G. Ressel, S. Eck a S. Marsoner [18] z ústavu materiálů v Leobenu článek popisující jejich výzkum v oblasti barevného leptání podle Klemma na nízkolegovanou bainitickou ocel. Výsledky jejich experimentu dokazovaly, že pomocí leptadla Klemm I je možno zvýraznit <100> orientaci zrn a také určit obsah zbytkového austenitu. U zrn s touto nebo blízkou krystalografickou orientací totiž naměřili po 120 s leptání (obr. 9) tloušťku interferenční vrstvy 39 ± 2 nm, kdežto u orientace <110> byla 30 ± 2 nm. U <100> je tudíž leptání intenzivnější a vede ke zbarvení do modra až do purpurova. Navíc bylo zjištěno, že u fází bohatých na uhlík (tj. zbytkový austenit) nedochází k naleptávání, a proto je zde tloušťka interferenční vrstvy nulová. Naopak u fáze ochuzené o uhlík (tj. bainitický ferit) dochází k nejintenzivnějšímu naleptání. Další postup tohoto experimentu vedl k měření barevné škály RGB, z nichž byly pro jednotlivé fáze struktury vypočteny hodnoty světelnosti, závislé právě na tloušťce interferenčního povlaku, kde bílá barva odpovídala hodnotě 255 při nulové tloušťko tloušťce této vrstvy. U krystalografické orientace zrna <100> poté naměřili hodnotu světelnosti kolem 100, kdežto u orientací <110> a <1111> byla hodnota mezi 125 až 150 (nebo-li světlejší). [18]

Klemm II a Klemm III se na rozdíl od předchozího typu leptadla používá spíše na slitiny Cu (tj. mosazi a bronzy), kde Klemm I již svou účinností nedostačuje. G. F. Vander Voort [9] v roce 2004 zkoumal účinnost jednotlivých barevných leptadel podle Klemma na strukturu tvářené mosazné nábojnice s 30 % Zn, žíhané na 704 °C po dobu 30 min (obr. 10-12). Zjistil, že nejlépe se na tvářenou mosaz osvědčuje leptadlo Klemm III. Při pozorování struktury v polarizovaném světle s citlivým odstínem (obr. 12) navíc došlo k rozšíření barevné škály povrchu vzorku. Na obr. 10 jsou navíc zobrazeny krystalografické čáry na jednotlivých zrnech, které často vznikají při leptání pomocí leptadla Klemm II. Vander Voort dále uvádí, že leptadlo typu Klemm III lze rovněž použít i pro Monel, což je korozivzdorná slitina Ni s 28 až 34 % Cu. Vzorek je však potřeba leptat po dobu až 8 min. [9; 19]



Obr. 10 Mosazná nábojnice při použití leptadla Klemm II, sledovaná ve světlém poli (délka čáry je 50 μm) [9].



Obr. 11 Mosazná nábojnice při použití leptadla Klemm III, sledovaná ve světlém poli (délka čáry je 200 μm) [9].



Obr. 12 Mosazná nábojnice při použití leptadla Klemm III, sledovaná v polarizovaném světla (délka čáry je 200 µm) [9].

3.1.2 Leptání podle Beraha

Obecný postup přípravy leptadla Beraha opět spočívá v přípravě základního roztoku, do kterého je těsně před leptáním přidána přísada. Základní roztok je složen z hydrogendifluoridu amonného (NH₄FHF), který je rozpuštěn ve vodném roztoku HCl. Po přidání přísady je leptadlo hotové a je možno jej uchovávat maximálně dvě hodiny. Příprava leptadla Beraha je v porovnání s jinými leptadly časově nenáročná, ale je třeba mít na paměti, že hydrogendifluorid amonný reaguje se sklem, a proto by se leptadlo nemělo uchovávat ve skleněných nádobách. Leptání je poté prováděno za mokra. Podobně, jako tomu bylo u leptadla Klemm, existuje několik modifikací lišící se mezi s sebou nejen svými odlišnými poměry složek, ale hlavně aplikací jejich použití. Mezi nejvýznamnější typy patří: Beraha I, Beraha III a Beraha-Martenzit. V tab. 3 jsou uvedena chemická složení leptadel Beraha I-III, které uvádí G. F. Vander Voort. Pro přehlednost byla množství jednotlivých složek roztoku a přísad vždy přepočítána na 100 ml roztoku při zachování daných poměrů. Vander Voort dále uvádí, že některé přísady (Na₂S, FeCl₃ · 6H₂O a CuCl₂) nejsou nezbytně nutné, ale jejich přidání zlepší barevný kontrast vzorku. [3; 9; 11]

	Roztok		Přísady (na 100 ml roztoku)				
Dest. H2OHClNH4FHF		$K_2S_2O_5$	Na ₂ S	FeCl ₃ · 6H ₂ O	CuCl ₂		
BERAHA I	83,3 ml	16,7 ml	2 g	0,1 - 0,6 g	-	-	-
BERAHA II	66,7 ml	33,3 ml	4 g	0,3 - 0,8 g	10 - 25 mg	-	-
BERAHA III	60 ml	40 ml	5 g	0,3 - 0,8 g	-	1,0 - 1,5 g	1 g

Tab. 3 Složení leptadel Beraha I, Beraha II a Beraha III přepočítané na 100 ml roztoku. [9]

V případě Beraha I je martenzit zbarven do modra, bainit do hněda a případný δ – ferit zůstává světlý. Leptadlo lze použít i u cementovaných, nitrocementovaných a karbonitridovaných uhlíkových a legovaných ocelí. Karbidy se na výsledném naleptaném výbrusu zbarví bíle. V případě martenzitických korozivzdorných ocelí je doporučováno množství 0,1 až 0,2 g K₂S₂O₅ a pro oceli feritické a austenitické 0,3 až 0,6 g K₂S₂O₅ na 100 ml roztoku. [9; 11]



Obr. 13 Vliv doby leptání na zbarvení mikrostruktury LKG při použití leptadla Beraha I [20].

Kromě těchto běžných aplikací bylo také v nedávné době prokázáno, že je možno díky leptadlu Beraha I rozlišit různou orientaci zrn feritu ve struktuře. V roce 2019 byl například vědci A. Bonyár, J. Renkó, D. Kovács a P. J. Szabó [20] z budapešťské univerzity navrhnut funkční model v programu Matlab, který je schopen jen za pomocí světelné mikroskopie a zpracování daného obrazu určit úhel mezi normálou povrchu a specifickými krystalografickými směry <100> a <111> s průměrnou absolutní chybou kolem 3 ° jen za pomocí údajů o barvách. Experiment provedli na vzorku LKG s feriticko-perlitickou matricí, na kterém zároveň dokumentovali vývoj barevného leptání v reálném čase (obr. 13). Díky tomu bylo rovněž zjištěno, že ke zbarvení feritu při použití leptadla Beraha I dochází až po cca 160 s. Do té doby se zbarvuje pouze perlitická fáze. [20]

Beraha II je vhodný například pro vysokolegované austenitické oceli, kde je austenit, jak lze vidět na obr. 14, zbarven pestrobarevně, nebo i pro austenitickou litinu (obr. 15), kde je možno poté rozeznat žlutohnědý austenit, bílý ledeburit a šedý (nezbarvený) grafit. [10; 11]



Obr. 14 Austenitický návar na austenitické oceli při leptání Beraha II (zvětšeno 400x) [11].





Obr. 15 Aplikace Beraha II na austenitickou litinu (měřítko 200x) [10].

Obr. 16 Tepelně zpracovaná slitina na bázi Ni s tuhým roztokem γ' (modrá) a karbidy (bílá) leptaná pomocí Beraha III (měřítko 500x) [10].

O leptadlu Beraha III se uvádí, že ho lze efektivně použít pro slitiny na bázi Ni, ve kterých dobře zviditelňuje segregace ve tvářených materiálech, fáze γ , γ ' a karbidy v litých tepelně zpracovaných slitinách. Na obr. 16 je příklad Ni slitiny leptané pomocí leptadla Beraha III, kde je možné rozpoznat větší i menší rozptýlené oblasti tuhého roztoku γ ', jež se zbarvily domodra, a bílé vyloučené karbidy po hranicích zrn. [10; 21]

Pokud však slitiny na bázi Ni obsahují větší množství Mo, jak uvádí G. Weilnhammerová [10] z institutu GSI mbH v Mnichově, je nutno zdůraznit, že leptadlo Beraha III přestává být dostatečně účinné a je třeba použít leptadlo jiné (např. modifikovaný roztok Adler s 50 ml HCl a 2 g $K_2S_2O_5$ na 100 ml roztoku). [10]

Leptadlo Beraha-Martenzit se používá hlavně pro odlišení martenzitu a bainitu u izotermicky zušlechtěných ocelí (např. ložisková ocel) a nízkolegovaných ADI litin s výskytem horního a dolního bainitu, martenzitu, perlitu, zbytkového austenitu a karbidů. [11]

Krom výše zmíněných leptadel podle Beraha se lze často setkat i se speciálními leptadly ukládajícími na povrch výbrusu povlak sulfidu kademnatého (CdS) nebo sulfidu olovnatého (PbS). Jejich příprava je však časově náročnější. Nejprve se v daném pořadí smíchají jednotlivé složky uvedené v tab. 4 a roztok se nechá 24 hod odležet v tmavé nádobě ve tmě

při teplotě 20 °C. Poté se před použitím vždy přefiltruje 100 ml roztoku, ve kterém se následně leptá. [9]

	Dest. H ₂ O	$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	kysel. citronová	CdCl ₂	Octan olovnatý
BERAHA CdS	1000 ml	240 g	30 g	20 - 25 g	-
BERAHA PbS	1000 ml	240 g	30 g	-	24 g

Tab. 4 Složení leptadel Beraha CdS a Beraha PbS. [9]



Obr. 17 ADI litina leptaná pomocí Beraha CdS a pozorovaná v polarizovaném světle [9].

Leptadlo Beraha CdS se používá pro uhlíkové, legované a nástrojové oceli a feritické, martenzitické a precipitačně vytvrditelné korozivzdorné oceli. Tento typ leptadla zbarvuje u ocelí martenzitickou matrici do modra a do hněda. Sulfidickým vměstkům ponechává jejich přirozenou barvu. Ferit se po 20 až 40 s zbarví červeně až fialově. Po delší době ferit zežloutne, příp. je světle modrý. Fosfidy by měly zhnědnout a karbidy zfialovět. V případě ADI litin (obr. 17) zbarvuje bainitickou (ausferitickou) matrici žlutě, hnědě a modře a naopak zbytkový austenit zůstává nezbarven. Leptadlo je vhodné i pro legované litiny (např. Ni-Hard). [9]

Beraha PbS je podle Vander Voorta naopak vynikající u slitin na bázi Cu (ještě účinnější než výše zmíněný Klemm III). Postup přípravy je obdobný jako u CdS, ale roztok se v tomto případě nedoporučuje před použitím filtrovat a v případě leptání oceli nebo litiny je povrch vzorku dobré předleptat Nitalem a do 100 ml roztoku se navíc přidá za intenzivního míchání 0,2 g NaNO₂. Poté lze očekávat zbarvení feritu a cementitu do modra až do fialova, fosfidů do žluta a sulfidy budou bílé. [9]

3.1.3 Leptání podle Lichteneggera-Bloecha

Leptadla skupiny Lichtenegger a Bloech (některými autory někdy označované jako Lichtenegger and Blöch) (LB) mají podobné složení jako Beraha I až III s tím rozdílem, že koncentrovaná kyselina chlorovodíková je zde nahrazena destilovanou vodou. Příprava těchto leptadel spočívá v rozpuštění přísad NH₄FHF a $K_2S_2O_5$ v destilované vodě, viz tab. 5, která by měla být s výjimkou LB IV mírně zahřátá na 25 – 30 °C. Vzhledem k tomu, že je zde opět obsažen hydrogendifluorid amonný (NH₄FHF) je důležité používat nádoby z plastu (stejně jako tomu bylo v případě leptadla Beraha). Leptání je poté prováděno za mokra. [3] [11]

Tab. 5 Složení leptadel Lichtenegger a	a Bloech I až IV. [11]
--	------------------------

	Destil. H ₂ O	NH ₄ FHF	$K_2S_2O_5$
LICHTENEGGER A BLOECH I	100 ml	20 g	0,5 g
LICHTENEGGER A BLOECH II	100 ml	20 g	1 g
LICHTENEGGER A BLOECH III	100 ml	10 g	1 g
LICHTENEGGER A BLOECH IV	100 ml	1 g	0,5 g

Lichtenegger a Bloech I zviditelňuje odmíšení rozpuštěných prvků v austenitu u chromniklových ocelí. Austenitické oblasti ochuzené o legující prvky se poté jeví jako modré, zatímco oblasti bohaté na tyto prvky se zbarví dohněda, případně bývají světle žluté. Dendritická struktura se oproti použití standardních činidel stává jasně viditelnou (obr. 14). Ke zbarvení někdy dochází i u δ -feritu, který po aplikaci leptadla získává černou barvu, i když některé zdroje uvádí, že se δ -ferit naopak nezbarvuje a zůstává bílý. [11; 23]

Na obr. 18 je pro porovnání mikrostruktura korozivzdorné austenitické oceli Cr19NC15.15 po aplikaci běžně používaného standardního leptadla HNO₃. Na obr. 19 je struktura stejného typu oceli po použití barevného leptadla LB I, kde je na první pohled jasně rozlišitelná dendritická struktura, představující z velké části γ -austenit, která byla na obr. 18 (leptadlo HNO₃) skryta. Rovněž je zde jasně viditelný roztok δ -feritu v podobě černých teček nacházejících se ve středu dendritů austenitu (primární δ -ferit na obrázku označený jako δ_D) a v mezidendritických oblastech (δ -ferit vyloučený v pozdějších ztuhnutých oblastech na obrázku označený jako δ_{ID}). [23]



Obr. 18 Mikrostruktura austenitické oceli Cr19NC15.15 leptaná pomocí HNO₃ [23].



Obr. 19 Mikrostruktura austenitické oceli Cr19NC15.15 leptaná pomocí Lichtenegger a Bloech I [23].



Obr. 20 Příklad struktury laserového svaru austenitické oceli po použití leptadla Lichtenegger a Bloech (délka čáry je 100 μm) [24].

Na obr. 20 je leptadlo typu LB aplikováno na podélný laserový svár austenitického vysoce legovaného ocelového plechu 1.4301 svařovaného nízkolegovaným drátem G3Si1 o firmy Fliess. Po následující chemické analýze, zkoušek tvrdosti a metodě difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) bylo prokázáno, že modrá oblast svarového kovu patří téměř homogennímu martenzitu s velmi malým množstvím zbytkového austenitu, mající nahnědlou barvu. Světle hnědý až žlutý základní materiál má převážně austenitickou strukturu a v tepelně ovlivněné zóně na hranici se svarovým kovem lze detekovat oblasti nasvědčující o přítomnosti heterogenních fází v důsledku hůře promíseného přídavného kovu se základním. [24; 25]

Co se leptadla LB II týče, to je rovněž vhodné pro svarové spoje a společně s leptadlem LB IV se uvádí, že je výhodné pro zviditelnění zbytkového austenitu u kalených ocelí. Austenit se zde nezbarvuje a zůstává bílý. [11]

3.1.4 Leptání podle Bloecha-Wedla

Bloech a Wedl (BW) se rovněž, jako tomu bylo v případě leptadla LB, používá pro austenitické chromniklové oceli, ale také pro austenitické litiny. Příprava tohoto druhu leptadla je časově nenáročná a vzhledem k tomu, že zde není obsažen hydrogendifluorid amonný, není nutné toto činidlo striktně uchovávat v plastové nádobě, ale postačí nádoba skleněná. Při přípravě těchto leptadel se nechá rozpustit přísada $K_2S_2O_5$ ve vodném roztoku HCl, viz tab. 6. Množství přísady se uvádí 0,1 až 2,0 g $K_2S_2O_5$ v závislosti na druhu leptané slitiny. Leptání opět probíhá za mokra až do dosažení modrohnědého zabarvení austenitu. Karbidy, δ -ferit a σ -fáze si ponechávají svou přirozenou bílou barvu. BW II, který se od BW I liší pouze poměrem složek H₂O a HCl, je mimo jiné možno použít i pro austenitické oceli s vysokým obsahem přísad. [18] [45] [11; 26]

Tab. 6 Složení leptadel Bloech a Wedl I a II. [11]

	Roztok		Přísada	
	Destilovaná H ₂ O	$K_2S_2O_5$		
BLOECH A WEDL I	5 dílů	1 díl	0,1 - 2,0 g	
BLOECH A WEDL II	1 díl	1 díl	0,1 - 2,0 g	

3.2 Molybdenová leptadla

Jedná se o skupinu činidel, při jejichž aplikaci vzniká na povrchu vzorku transparentní vrstva redukcí iontů Mo⁶⁺ na Mo⁴⁺, v důsledku strukturních složek, které se chovají jako mikrokatody. Do této skupiny patří molybdenan sodný, molybdenan amonný a kyselina molybdenová. [11; 26]

Na rozdíl od předchozích leptadel pyrosiřičitanového typu je zde nutno před nanesením molybdenového leptadla povrch výbrusu předleptat Nitalem a těsně před aplikací se do roztoku přidá kyselina dusičná pro zvýšení kyselosti na pH 2,5 až 3. Kyselost roztoku je kontrolována pomocí pH-papírku. [11]

3.2.1 Molybdenan sodný

Toto leptadlo je vhodné pro slitiny Fe, kde umožňuje barevně odlišit cementit od fosfidů. U litin se vzorky předleptávají Nitalem. [11; 26]

Pro přípravu roztoku se molybdenan sodný nechá rozpustit v destilované vodě dle tab. 7. Těsně před aplikací na předleptaný výbrus je nutno do roztoku navíc přidat ještě kyselinu dusičnou pro zvýšení kyselosti na pH 2,5 až 3. Kyselost roztoku je kontrolována pomocí pHpapírku. Leptání je prováděno za mokra při pokojové teplotě po dobu 45 až 60 s a dochází přitom ke žlutooranžovému zbarvení cementitu ve struktuře. Ferit a fosfidy zůstávají bílé a karbidy se zbarvují žlutočerveně. Co se životnosti připraveného leptadla týče, molybdenan sodný je použitelný cca 2 hod. [11]

Tab. 7 Složení leptadla na bázi molybdenanu sodného. [11]

	Destilovaná H ₂ O	$Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$
MOLYBDENAN SODNÝ	100 ml	1 g

3.2.2 Molybdenan amonný

Molybdenan amonný lze použít pro několik různých aplikací. Uvádí se, že se kupříkladu hodí pro barevné leptání slitin Al-Si, které jsou legovány Mg a Mn (obr. 21). Pokud jsou však tyto slitiny legovány Cu, není již molybdenan amonný příliš vhodný a je třeba použít Weckovo leptadlo pro slitiny Al (viz kapitola 3.4 Weckovo leptadlo). Na obr. 21 je mikrostruktura nemodifikovaného siluminu AlSi10MgMn. Po naleptání molybdenanem amonným zde došlo ke světle hnědému zabarvení fáze Al(FeMn)Si, známé jako "čínské písmo", která po případném přeleptání zezelená. V tab. 8 je uvedeno chemické složení leptadla s molybdenanem amonným, které uvádí G. F. Vander Voort v publikaci *Metallography: Principles and Practice* [27] pro Al a jeho slitiny. Autor navíc uvádí, že před použitím se ještě přidává 20 až 80 ml ethanolu. [26; 27]



Obr. 21 Nemodifikovaný silumin AlSi10MgMn leptaný molybdenanem amonným (zvětšení 1600x) [26].

G. F. Vander Voort také píše, že rozpuštění 15 g molybdenanu amonného ve 100 ml vody a přidáním 100 ml HNO₃ lze získat základní roztok pro aplikaci na slitiny Fe. Tento roztok, jehož poměry složek se shodují s poměry složek uvedených v tab. 7, se poté nechá 4 dny odstát a přefiltruje se. Nakonec následuje přimíchání 100 ml alkoholu do 2 ml tohoto základního roztoku. Poté již následuje samotné leptání vzorku. Tento typ leptadla na bázi molybdenanu amonného autor nazývá Maletteovým činidlem. [27]

Tab. 8 Složení leptadla s molybdenanem amonným pro slitiny Al. [27]

	Destilovaná H ₂ O	HNO ₃	Molybdenan amonný
MOLYBDENAN			
AMONNÝ	20 ml	20 ml	3 g
(pro slitiny Al)			

Další možné využíti molybdenanu amonnného jako barevného leptadla je u slitin olova s antimonem, které se často zkoumají světelnou mikroskopií. Využití těchto slitin je například pro pozitivní mřížky v autobateriích. Vander Voort zde prováděl experiment s leptáním tří různých slitin Pb-12Sb-3Sn, Pb-12,5Sb a Pb-6,5Sb pomocí směsi molybdenanu amonného, kyseliny citronové a vody. Poměry jednotlivých složek viz tab. 9. Výsledkem sice bylo dosažení nižšího kontrastu mezi matricí a precipitáty, ale zato leptadlo poskytlo dobrou představu o struktuře zrn, zejména u slitin, které disponovali nižším obsahem Sb. [27; 28]

Tab. 9 Složení leptadla s molybdenanem amonným pro slitiny Pb-Sb a Pb-Sb-Sn. [27]

	Destilovaná H ₂ O	Kyselina citronová	Molybdenan amonný
MOLYBDENAN			
AMONNÝ	100 ml	10 g	10 g
(pro slitiny Pb)			

3.2.3 Kyselina molybdenová

Kyselina molybdenová se obecně připravuje v několika různých koncentracích, přičemž pro oceli, u kterých zviditelňuje odmíšení martenzitu a bainitu, je nejvhodnější 5%. Martenzit zbarvuje do modra a bainit do hněda. Uvádí se, že tímto leptadlo lze však dosáhnout pouze málo výrazného barevného kontrastu. [11]

Při přípravě je důležité mít na paměti, že leptadlo obsahuje kyselinu fluorovodíkovou (HF), která leptá sklo, a je tedy nutné leptadlo uchovávat v plastové nádobě z PE nebo PVC. Složky potřebné pro přípravu leptadla na bázi 5% kyseliny molybdenové jsou uvedeny v tab. 10. [11; 29]

Tab. 10 Složení leptadla na bázi 5% kyseliny molybdenové. [11]

	Destilovaná H ₂ O	HF	MoO ₃
KYSELINA MOLYBDENOVÁ (5%)	95 ml	5 ml	do nasycení

Dalšími možnými aplikacemi kyseliny molybdenové je zvýraznění chemicko-tepelně zpracovaných vrstev ocelí (obr. 22) či zviditelnění struktury u tvářených Al slitin, kde standardní leptadla již svými vlastnostmi nedostačují. Jedná se hlavně o čistý Al a slitiny válcované za studena (obr. 23). Zde se doporučuje 2 až 10% koncentrace kyseliny molybdenové. Na obr. 24 je vyfocena mikrostruktura nemodifikované vícesložkové slitiny Al v litém stavu, která byla naleptána 5% kyselinou molybdenovou. Lamelární Si zde byl zbarven světle šedě a fáze Mg₂Si získala červenofialovou barvu. Rovněž si lze všimnout jemných bodových precipitátů, nacházejících se uvnitř tuhého roztoku. [15] [18]



Obr. 22 Karbonitridovaná vysokolegovaná chromová ocel leptaná 5% kyselinou molybdenovou (zvětšení 200x) [11].



Obr. 23 Mikrostruktura válcovaného čistého Al leptaná 10% kyselinou molybdenovou (zvětšení 200x) [10].



Obr. 24 Nemodifikovaná vícesložková slitina Al leptaná 5% kyselinou molybdenovou (zvětšení 200x) [10].

3.3 Horká leptadla

Jedná se o speciální skupinu leptadel, při jejichž aplikaci vznikají na povrchu vzorku složité chromátové nebo oxidické transparentní vrstvy. Na rozdíl od výše popsaných leptadel se zde vzorky vkládají suché a to do vařícího se leptadla, které nebývá průhledné. Proto je zde nevýhodou problematická vizuální kontrola vzorku během procesu leptání. Chroman sodný i pikrát sodný se používají hlavně pro grafitické litiny. [11]

3.3.1 Pikrát sodný

O alkalickém pikrátu sodném se uvádí, že je vhodný pro zviditelnění primární struktury LLG vlivem odmíšení prvků a odlišení cementitu, který zůstává bílý, od fosfidického eutektika, u kterého dochází ke zbarvení. U LKG má vlivem nižšího obsahu nečistot nedostatečný kontrast. Příprava spočívá v rozpuštění 25 g NaOH ve 100 ml destilované vody podle tab. 11 (někteří autoři však uvádí množství 75 ml destilované vody). Poté se přidá kyselina pikrová ($C_6H_3N_3O_7$) a celý roztok se 10 min povaří. Suchý vzorek LLG se poté leptá po dobu 1 až 5 min při teplotě 60 – 100 °C. [11; 26; 30]



Obr. 25 Perlitická LLG leptaná pikrátem sodným (zvětšení 250x) [26].

Na obr. 25 je příklad aplikace tohoto leptadla na LLG s perlitickou matricí. Fosfidické eutektikum, které je často velice obtížné odlišit od cementitu, se zde zbarvilo dohněda. Bílé jsou inkluze. [26]

Tab. 11 Sl	ožení leptadla 1	na bázi alkalického	pikrátu sodného.	[27]
------------	------------------	---------------------	------------------	------

	Destilovaná H ₂ O	NaOH	kys. pikrová
PIKRÁT SODNÝ	100 ml	25 g	2 g

Pikrát sodný je možno použít ale i pro ocel (rozlišení cementitu od feritu) či wolfram. G. F. Vander Voort například ve své knize *Metallography: Principles and Practice* [27] píše, že při použití alkalického pikrátu sodného na ocel s vysokým obsahem uhlíku, dojde naopak ke ztmavnutí cementitu po hranicích zrn a tím ke zviditelnění předchozích zrn austenitu. Je však zapotřebí vzorek v leptadle povařit po dobu 1 až 2 min, případně leptat elektrolyticky při 6 V stejnosměrného napětí, $0,5 - 2 \text{ A/in}^2$, 30 - 120 s. Při povaření vzorku po dobu až 15 min v horkém leptadle či elektrolyticky při stejných podmínkách za pokojové teploty leptadlo napadá sulfidy a karbidy typu Fe₄W₂C a cementit zbarvuje tmavě hnědě až černě. Ferit by přitom neměl být nijak ovlivněn. V případě eutektické slitiny W-Co se vzorek v leptadle povaří po dobu 15 s, čímž dojde ke zčernání W ve slitině. [27; 30]

3.3.2 Chroman sodný

Chroman sodný je určen hlavně pro vyvolání primární struktury v modifikovaných grafitických litinách, ale lze ho použít pro zviditelnění makrostruktury i jiných druhů litin, jako jsou například litina s lupínkovým grafitem nebo červíkovým grafitem. Odhaluje odmíšení hlavních prvků (obr. 26), hnědočerveně zbarvuje hranice eutektických buněk vlivem vyššího obsahu fosforu a karbidotvorných prvků (obr. 27) a zvýrazňuje tepelně ovlivněné oblasti po lokálním tepelném zpracování (obr. 28), přičemž přetavené zóny se zbytkovým austenitem a cementitem zbarvuje do bordové barvy, silně přehřáté zóny se zbytkovým austenitem a hrubým deskovým martenzitem do žluté barvy a oblasti s martenzitem domodra. [11; 26]



Obr. 26 Odmíšení Si a Mn v LKG při použití chromanu sodného [26].





Obr. 27 Zbarvení hranic eutektických buněk u LLG po aplikaci chromanu sodném (zvětšení 50x) [11].

Obr. 28 LLG tepelně zpracovaná laserovým paprskem a naleptaná chromanem sodným (zvětšení 800x) [11].

Příprava leptadla spočívá, podobně jako v případě pikrátu sodném, v rozpuštění NaOH v destilované vodě, jak je uvedeno v tab. 12. Poté však následuje zchlazení směsi a přidání 5 g CrO_3 (oxid chromový). Vzorky jsou leptány za sucha po dobu 1 – 5 min ve vařícím leptadle. [11]

Tab. 12 Složení leptadla na bázi chromanu sodného. [11]

	Destilovaná H ₂ O	NaOH	CrO ₃
CHROMAN SODNÝ	100 ml	35 g	5 g

3.4 Weckovo leptadlo

3.4.1 Leptání slitin Al podle Wecka

U slitin hliníku se barevná leptadla příliš nepoužívají, neboť leptání těchto druhů slitin je poměrně obtížné. Pokud je potřeba danou slitinu leptat, často jsou využívána leptadla elektrolytická, která eloxováním zviditelní hranice zrn. Vhodné je například Barkerovo činidlo s následnou analýzou vzorku v polarizovaným světle. Někteří autoři však zjistili, že pro Al slitiny se skvěle hodí Weckovo leptadlo. Bylo testováno několik různých typů leptadel včetně leptadla podle Wecka pro různé slitiny hliníku: Kellerovo činidlo, činidlo louhového NaF a činidlo Graff-Sargenta. Nicméně jako nejúčinnější se osvědčil právě Weck, který téměř pokaždé úspěšně odhalil strukturu zrn (obr. 29). Jeho chemické složení je uvedeno v tab. 13. Kromě struktury zrn se dále uvádí, že lze díky Weckovu leptadlu u litých slitin zviditelnit dendritické buňky, případné segregace či jemné precipitace vzniklé po vytvrzení. [10; 31]



Obr. 29 Struktura Al slitiny 6013-T8 leptaná Weckovým činidlem (zvětšení 500x) [31].

Na obr. 29 je příklad tvářené struktury hliníkové slitiny 6013-T8 legované Si, Mg a Cu a leptané podle Wecka. Tepelné zpracování se zde skládalo z rozpouštěcího žíhání, tváření za studena a umělého stárnutí. [31; 32]

Suárez-Peña a spoluautoři ve svém článku [33] z roku 2010 popisují mechanismus leptání Weckovým činidlem. Hliník je vzhledem ke své poloze v elektrochemické řadě napětí kovů neušlechtilý. Na vzduchu či ve vodě se však na jeho povrchu tvoří pasivační vrstva hydroxidu hlinitého podle rovnice: [33]

$$2Al + 6H_2 0 \to 2Al(0H)_3 + 3H_2. \tag{3.1}$$

Tato pasivační vrstva je podle Pourbaixova diagramu při pokojové teplotě a hodnoty pH 4 až 8,5 stabilní. Při ponoření vzorku do alkalického roztoku Weckova leptadla však hodnota pH dosáhne cca 13 a dochází tak působením NaOH k rozpouštění této pasivační vrstvy dle rovnice: [33]

$$Al(OH)_3 + NaOH \to Na^+ + Al(OH)_4^-.$$
(3.2)

Dále zde autoři článku popisují další probíhající chemické reakce a odkazují na další studie týkající se chemické aktivity Al. Nakonec se na výbrusu tvoří tenký film MnO₂, jako produkt chemické reakce: [33; 34]

$$Al + MnO_4^- + 2H_2O \to Al(OH)_4^- + MnO_2,$$
 (3.3)

který je příčinou barevného zbarvení povrchu metalografického vzorku.

V roce 2018 vědci P. Schmalen a kol. [35] z univerzity v Lucemburku zkoumali použití několika typů leptadel včetně Wecka na strukturu laserového svaru Al s Cu, za účelem zviditelnění struktury svarové housenky, tepelně ovlivněné oblasti, zrn základního materiálu a vytvořených intermetalických sloučenin za použití světelného mikroskopu. Doba leptání Weckovým činidlem byla max. 60 s a došlo přitom k naleptání obou základních materiálů (Al i Cu), oblasti s eutektickým složením, oblasti odpovídající složení bronzu a fází θ -Al₂Cu a η -AlCu. V porovnání s ostatními leptadly však Weck dosahoval pouze průměrných výsledků. Nejlépe se osvědčilo speciální leptadlo θ -Al₂Cu, které fáze θ -Al₂Cu a η -AlCu naleptalo s výraznějším kontrastem včetně fáze γ -Al₄Cu₉. Leptadlo θ -Al₂Cu, které bylo při tomto

výzkumu použito, obsahovalo 1 g molybdenanu amonného, 6 ml HNO₃, 16 ml H₂O a 60 ml CH₃COOH. Leptáno bylo při pokojové teplotě 15 s až 2 min. [35]

3.4.2 Leptání slitin Ti podle Wecka

Kromě slitin Al existuje také modifikace Weckova leptadla pro slitiny Ti. Tyto slitiny se vyznačují vysokou odolností proti korozi, a z tohoto důvodu je lze většinou leptat pouze činidly na bázi kyseliny fluorovodíkové. Chemické složení je opět uvedeno v tab. 13. Původní receptura uváděla 50 ml etanolu. Zjistilo se však, že při tomto množství již dochází k tvorbě nežádoucích produktů, a proto se později přešlo na nižší množství. Co se složky NH₄FHF týče, Weilnhammerová [10] navíc uvádí, že pokud je namísto 2 g použito množství 5 až 7 g této soli, je možno slitiny Ti leptat na makrostrukturu. [10; 22]

Tab. 13 Složení Weckova leptadla pro slitiny Al a slitiny Ti. [22]

	Destilovaná H ₂ O	KMnO ₄	NaOH	Etanol	NH ₄ FHF
WECK (slitiny Al)	100 ml	4 g	1 g	-	-
WECK (slitiny Ti)	100 ml	-	I	25 ml	2 g

Na obr. 30 je zobrazena struktura válcovaného komerčně čistého Ti (ASTM F67, Grade 2) s jasně viditelnými mechanickými dvojčaty, používaného například ve zdravotnictví či chemickém průmyslu. Mikrostruktura čistého titanu (poškozená vodíkem) je vyfocena na obr. 31, kde došlo k modrohnědému zabarvení tuhých roztoků α a α ⁴. Dále je zde možno vidět jemné jehlice hydridů a vlevo nahoře je jasně zřetelný povlak korozního produktu. [10; 22; 36]



Obr. 30 Struktura zrn CP-Ti po použití Weckova leptadla (délka čáry je 100 µm) [22].



Obr. 31 Struktura čistého Ti s vodíkovým poškozením leptaná podle Wecka (zvětšeno 200x) [10].

4 PRAKTICKÁ ČÁST

Ve školní slévárně VUT v Brně bylo odlito několik různých vzorků v podobě Y-bloků s cílem ověřit použitelnost vybraných předem připravených barevných leptadel, která jsou vhodná pro dané struktury materiálů. Vzhledem k tomu, že praktická část této práce byla částečně spojena s diplomovou prací Veroniky Vávrové [37], budou zde barevná leptadla testována především na vzorcích legovaných litin, kde bylo záměrem najít optimální způsob barevného leptání ADI litin. Rovněž se plánovalo sledovat případné rozdíly v barevných kontrastech, které budou díky danému činidlu získány v různých časech leptání. Obdržené výsledky budou porovnány s poznatky uváděnými jinými autory v teoretické části.

4.1 Příprava litinových vzorků

4.1.1 Odřezání vzorků

Jedná se o vzorky legovaných litin s různým chemickým složením a tloušťkou stěny, viz tab. 14. Vzhledem k tomu, že záměrem bylo získat ausferitickou strukturu litiny v litém stavu, byly vzorky legovány převážně Ni a Mo, neboť tyto prvky výrazně ovlivňují tvar a polohu křivek v ARA diagramu tím způsobem, že není zapotřebí tak velké rychlosti ochlazování a je možno snadno získat strukturu velmi podobnou ADI litině bez nutnosti tepelného zpracování.

Označení vzorku	Tloušťka stěny Y-bloku	% Ni	% Mo
43DA	25 mm	4,0 %	0,3 %
43SA	75 mm	4,0 %	0,3 %
63DA	25 mm	6,0 %	0,3 %
83DA	25 mm	8,0 %	0,3 %

Tab. 14 Tloušťky stěn a obsahy legujících prvků jednotlivých testovaných vzorků.

Vzorky litin byly odlity do pískových forem ze samotuhnoucí směsi na bázi geopolymeru s křemenným ostřivem v podobě již zmíněných Y-bloků, viz obr. 32, ze kterých byla následně odřezána na pásové pile vrchní část s nálitkem. Výjimkou byl vzorek 83DA, jenž byl tak tvrdý, že nebylo možno pro oddělení nálitku použít obyčejnou pásovou pilu, ale bylo nutno vzorek rozřezat pomocí úhlové brusky za vydatného chlazení proudem vzduchu, aby nedošlo k ohřátí vzorků na teplotu vyšší než 100 °C a tím k neúmyslnému tepelnému ovlivnění struktury.

Odřezáním nálitku byly získány vzorky v podobě trámečků. Následovalo další řezání na laboratorní pile Struers Labotom-3 již na velikost vhodnou pro zalisování do pryskyřice. Vzhledem ke skutečnosti, že rychlost ochlazování odlitku v povrchové vrstvě bývá výrazně ovlivněna přímým stykem s formovací směsí a aby daná struktura co nejlépe vystihovala strukturu daného odlitku, byla vzdálenost budoucího výbrusu od kraje trámečku 20 mm. Na konci procesu byl vzorek opláchnut vodou od chladící emulze, důkladně osušen a označen.



Obr. 32 Vzorek v podobě zkušebního Y-bloku.

4.1.2 Zalisování vzorků do pryskyřice a broušení

Odřezané vzorky o rozměrech 20 mm x 15 mm x 5 mm bylo dále nutné preparovat zalisováním do pryskyřice, což ulehčí manipulaci se vzorkem v následujících krocích. Pro lícní vrstvu byla zvolena kvalitnější epoxydová pryskyřice s velmi malým smrštěním při ochlazení a jako výplň akrylová transparentní pryskyřice. Oba dva typy pryskyřic byly od výrobce Metkon.

Zalisované a označené válečky se vzorky byly poté nahrubo broušeny na brusce Struers LaboPol-5. Na stejném stroji také následovalo broušení jemné pomocí kotouče z SiC o zrnitosti 1200. Vzorky byly během celého procesu neustále chlazeny vodou a poté, co byly vybroušeny, následovala samotná příprava leptadel.

4.2 Leptání litinových vzorků podle Beraha I a Beraha-Martenzit

Jako vhodnými barevnými leptadly pro vzorky, jejichž příprava byla popsána v předchozí kapitole (viz 4.1 Příprava litinových vzorků) a které jsou uvedeny v tab. 11, byla zvolena leptadla Beraha I a Beraha-Martenzit, neboť byla u těchto vzorků předpokládána přítomnost horního a dolního bainitu, zbytkového austenitu a případně určitého podílu martenzitu. V případě leptadla Beraha-Martenzit bylo předpokládáno zbarvení bainitu do červenofialova a martenzitu do modra. U zbytkového austenitu by měla být zachována jeho přirozená barva. Podobných odstínů by mělo být dosaženo i u leptadla Beraha I.

Cílem tohoto experimentu je porovnat rozdíly v dosažených barevných kontrastech mikrostruktury litinových vzorků u aplikovaného leptadla Beraha I s leptadlem Beraha-Martenzit a sledovat vývoj tohoto barevného kontrastu v jednotlivých časech od 2 do 4 min. Následně bude pomocí obrazové analýzy vyhodnocen podíl jednotlivých barevných fází ve struktuře.

4.2.1 Příprava leptadla Beraha I

Při přípravě tohoto i následujících leptadel bylo velice důležité zachovat doporučené poměry jednotlivých přísad a to jak pro přípravu daného roztoku, tak i pro přípravu leptadla samotného. Bylo rovněž nutné mít na paměti, že se jedná o práci se žíravými látkami. Proto bylo důležité striktně dodržovat bezpečnostní pravidla pro jejich manipulaci a uchovávání.

Pro přípravu roztoku pro leptadlo Beraha I bylo vycházeno z pokynů pro roztok Beraha I. Ten byl namíchán z 33 ml koncentrované HCl a 167 ml destilované vody tak, aby bylo získáno 200 ml roztoku a doporučené složení bylo v poměru 1:5. Roztok byl smíchán ve skleněné nádobě, neboť zde nehrozilo, že by docházelo k reakci roztoku se sklem. Z bezpečnostních důvodů byl již pro další přípravu roztok přelit do nádoby z plastu, kam byly navíc přidány 4 g hydrogendifluoridu amonného (NH₄FHF). Tím byl roztok dokončen. V tab. 15 je shrnuto složení roztoku a leptadla Beraha I z roztoku a přísady.

		Roztok		Přísada
	Koncentrovaná HCl	Destilovaná H ₂ O	NH₄FHF	$K_2S_2O_5$
BERAHA I	33 ml	167 ml	4 g	0,25 g

Tab. 15 Složení testovaného roztoku a leptadla Beraha I.

Před samotným leptáním bylo z hotového roztoku vždy odlito 25 ml do menší plastové nádoby, do které bylo přidáno 0,25 g pyrosiřičitanu draselného ($K_2S_2O_5$). Tím bylo výsledné leptadlo dokončeno a připraveno pro ponoření zkoumaného předem vyleštěného vzorku (viz kapitola 4.2.3 Aplikace leptadla Beraha I).

4.2.2 Příprava leptadla Beraha-Martenzit

Druhým testovaným leptadlem bylo zvoleno Beraha-Martenzit, jehož přísady a postup přípravy jsou velice podobné předchozímu leptadlu Beraha I. Jedná se v podstatě o silnější modifikaci Beraha I s dvojnásobným množstvím přísady $K_2S_2O_5$.

Opět bylo smícháno 33 ml koncentrované HCl se 167 ml destilovnané vody, jak je uvedeno v tab. 16, aby poměr obou složek byl 1:5. Poté byly přidány 4 g NH_4FHF , čímž byl roztok dokončen.

	Tab. 16 Složení	testovaného	roztoku a le	eptadla B	eraha-Martenzit.
--	-----------------	-------------	--------------	-----------	------------------

		Roztok		Přísada
	Koncentrovaná HCl	Destilovaná H ₂ O	NH ₄ FHF	$K_2S_2O_5$
BERAHA- MARTENZIT	33 ml	167 ml	4 g	0,25 g

Před vlastním leptáním bylo, obdobně jako u leptadla Beraha I, vždy odlito 25 ml roztoku do menší plastové nádoby. Zde bylo do roztoku přidáno 0,50 g přísady $K_2S_2O_5$ a leptadlo bylo dokončeno.

4.2.3 Aplikace leptadla Beraha I

Poté, co byla leptadla připravena, byly jednotlivé vzorky vždy vyleštěny a bezprostředně potom leptány. Vzhledem k tomu, že leptadla Beraha I i Beraha-Martenzit patří do stejné skupiny leptadel, vyžadující stejnou přípravu povrchu i způsob kontaktu leptadla s povrchem, a jsou leptány podobné vzorky litin, byly leštění i aplikace u obou leptadel obdobné.

Leštění vzorků bylo uskutečněno opět na stroji Struers LaboPol-5 s kotoučem typu MD-Dac. Rychlost byla zvolena 150 ot/min. Během procesu byla na kotouči neustále udržována vrstva leštící diamantové suspenze DiaDuo-2 na vodní bázi o zrnitosti použitého diamantu 3 µm. Po vyleštění byl každý vzorek vždy lehce opláchnut vodou od zbytků nečistot po leštění, ihned potom lihem a ofouknut teplým vzduchem. Tím byl získán kvalitní výbrus vzorku bez jakýchkoliv nečistot.

Následovala série leptání oběma činidly s různými časy. Vzhledem k tomu, že u obou leptadel je doporučováno leptat za mokra, byla na vzorek nanesena tenká vrstva destilované vody a až poté byl vzorek ponořen po určenou dobu do čerstvě připraveného leptadla. Během procesu leptání bylo potřeba se vzorkem neustále pohybovat, aby byl povrch výbrusu pořád v kontaktu s čistým leptadlem, neboť zároveň docházelo k intenzivní tvorbě vedlejších produktů chemické reakce materiálu výbrusu s leptadlem, jež měly bílou barvu. Po uplynutí dané doby leptání byl vždy vzorek z leptadla vyjmut a opláchnut. Dále bylo zjištěno, že je vhodné před samotným pozorováním výbrusu pod světelným mikroskopem vzorek ještě lehce otřít lihem napuštěným papírkem. V opačném případě jsou potom na struktuře při pozorování pod mikroskopem ještě stále přítomny zbytky výše zmíněných produktů reakce, což částečně znemožňuje provádění kvalitní metalografické analýzy.

Po provedené analýze bylo nutno vždy výbrus před dalším barevným leptáním opět vyleštit po dobu min. 4 min a v některých případech i znovu jemně vybrousit. Tím byla odstraněna stará interferenční vrstva, a postup leptání byl následně znovu zopakován.

4.2.4 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků po aplikaci Beraha I

Vzorky byly vždy bezprostředně po naleptání daným činidlem sledovány pod světelným mikroskopem. Zařízením, kterým byly vzorky analyzovány, byl inverzní optický mikroskop ZEISS Neophot 32, disponující digitálním fotoaparátem Canon EOS 4000D pro pořizování snímků naleptaných struktur daných vzorků. Stejná aparatura byla poté v této práci použita i pro zkoumání ostatních typů leptadel.

První část experimentu byla zaměřena na sledování změn barevného kontrastu mikrostruktury po aplikaci leptadla Beraha I po dobu leptání vzorků od 20 do 60 s (obr. 34-39). Pro srovnání je na obr. 33 mikrostruktura stejného vzorku po použití standardního leptadla (Nital).



Obr. 33 Mikrostruktura vzorku 43DA po naleptání Nitalem.


Obr. 34 Vzorek 43DA, Beraha I, 20 s, zvětšení 200x.



Obr. 36 Vzorek 43DA, Beraha I, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 35 Vzorek 43DA, Beraha I, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 37 Vzorek 43DA, Beraha I, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 38 Vzorek 43DA, Beraha I, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 39 Vzorek 43DA, Beraha I, 60 s, zvětšení 500x.

Na obr. 34-39 byla vyfocena mikrostruktura vzorku 43DA v různých časech leptání činidlem Beraha I, přičemž obrázky vlevo byly pořízeny se zvětšením 200x a vpravo se zvětšením 500x. Již na první pohled jsou z jednotlivých snímků zřejmé rozdíly v barevných odstínech jednotlivých fází. Při leptání 20 s (obr. 34) a 40 s (obr. 36) nejsou rozdíly až tolik výrazné oproti leptání po dobu 60 s (obr. 38), kde byla většina fází zbarvena do výrazně tmavších odstínů. Ve všech případech jsou však hranice primárních zrn jen velmi málo patrné.

Na obr. 35 je bílý karbid, kolem kterého byla vytvořena, v porovnání se zbylou okolní matricí, oblast s mnohem jemnější jehlicovitou strukturou. Další vměstek je také ukázán na obr. 37 vlevo. Tento snímek byl pořízen ze stejného místa, jako je na obr. 36, a je se zvětšením 500x.

Pro aplikaci leptadla Beraha I po dobu 20 s byl rovněž pořízen snímek detailu kuličky grafitu o průměru 56 µm, viz obr. 40. Jehlicovitá struktura okolní kovové matrice vzorku 43DA získala výrazný barevný kontrast, který je připisován přítomností ausferitu, který zde byl zbarven do odstínů hnědé a modré. Ferit je tmavě hnědý až modrý a zbytkový austenit je světle hnědý.



Obr. 40 Detail kuličky grafitu u vzorku 43DA, Beraha I, 20 s, zvětšení 1000x.

Dále byly zkoušeny i delší časy leptání vzorku 43DA činidlem Beraha I – 2 až 4 min. Opět byly sledovány změny ve zbarvování jednotlivých strukturních fází. Výsledné mikrostruktury jsou uvedeny na obr. 41-46.



Obr. 41 Vzorek 43DA, Beraha I, 2 min, zvětšení 200x.



Obr. 42 Vzorek 43DA, Beraha I, 2 min, zvětšení 500x.







Obr. 45 Vzorek 43DA, Beraha I, 4 min, zvětšení 200x.



Obr. 44 Vzorek 43DA, Beraha I, 3 min, zvětšení 500x.



Obr. 46 Vzorek 43DA, Beraha I, 4 min, zvětšení 500x.

Z uvedených snímků (obr. 41-46) je jasně zřetelný rozdíl v kontrastech, přičemž v tomto případě bylo nejlepšího kontrastu dosaženo po době leptání cca 3 min. Ve 4 min (obr. 45 a 46) jsou již barvy jednotlivých fází ve srovnání s předchozími snímky výrazně tmavší, a tudíž méně kontrastní. Lze tedy předpokládat, že u leptadla Beraha I je leptání tohoto vzorku po dobu 4 min hraniční a pokud by se leptalo delší dobu, hrozilo by, že by mohlo dojít k přeleptání dané struktury materiálu. Tato skutečnost je pravděpodobně i z části potvrzena přítomností bílých usazených produktů chemické reakce mezi výbrusem vzorku a leptadlem (například je na obr. 46 nahoře), nacházejících se v dutinách materiálu, které nelze vyčistit lihem a jejichž vznik také výrazně podporuje kvalita, jakou je daný metalografický výbrus před leptáním vyčištěn.

Na obr. 42 uprostřed je kulička grafitu, která je obklopena modrošedou feritickou fází. Podle poznatků z teoretické části této práce v kapitole 3.1.2 Leptání podle Beraha dochází ke zbarvování feritu po cca 160 s (asi 2,6 min). Na obr. 46 a 47 je podobná fáze, nacházející se samostatně v matrici materiálu. Zde byla zrna po 4 min leptání zbarvena do světle a tmavě modré barvy. Na obr. 47 je snímek se zvětšením 1000x ze stejného místa vzorku jako na obr. 46. Zde byla tato zaostřená oblast se zrny nalezena poblíž rozměrnější řediny. Rozdíly v těchto modrých odstínech jsou vysvětlovány odlišnou orientací jednotlivých zrn.



Obr. 47 Zviditelnění různé orientace zrn po 4 min leptání činidlem Beraha I (zvětšení 1000x).

Při leptání po dobu 3 min jsou na obr. 43 a 44, díky svému dobrému kontrastu, navíc jasně rozlišitelné hranice jednotlivých eutektických buněk (primárních zrn), v důsledku segregace jednotlivých prvků do mezizrnových prostorů.

Celkově lze tedy říci, že je-li třeba vzorek odpovídající složení a podmínkám tuhnutí vzorku 43DA leptat za účelem zviditelnění hranic primárních zrn, je vhodné leptat činidlem Beraha I po dobu 3 min. Zde už ovšem není přítomen tak výrazný barevný kontrast jednotlivých lamel kovové matrice a je nutno čas leptání vzorku snížit na dobu cca 20 s, jak je rovněž uvedeno v publikaci *Farebná metalografia zliatin železa* [18] od prof. Podrábského.

Dalším testovaným vzorkem pro leptání činidlem Beraha I po dobu 20 až 60 s byl 43SA. Jedná se o vzorek se stejným chemickým složením jako 43DA, ale tloušťka stěny Y-bloku, ze kterého byl vzorek odřezán, byla větší, čímž bylo docíleno menšího teplotního gradientu během ochlazování. Jeho mikrostruktury byly opět vyfoceny a jsou na obr. 48-53.



Obr. 48 Vzorek 43SA, Beraha I, 20 s, zvětšení 200x.



Obr. 49 Vzorek 43SA, Beraha I, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 50 Vzorek 43SA, Beraha I, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 52 Vzorek 43SA, Beraha I, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 51 Vzorek 43SA, Beraha I, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 53 Vzorek 43SA, Beraha I, 60 s, zvětšení 500x.

V tomto případě nebylo docíleno tak významných změn v barevném kontrastu v jednotlivých časech leptání, jako bylo u vzorku 43DA. Opět lze ale konstatovat, že při delších časech leptání dochází ke změně barevného odstínu feritických fází z hnědé na modrou. Na obr. 54 jsou rovněž patrné podobné změny na feritických zrnech okolo kuličky grafitu. Zde došlo již po 20 s leptání k nepatrnému tmavě modrému zabarvení těchto zrn. V případě leptání po dobu 20 s (obr. 54) je možno si rovněž povšimnout různého (avšak méně výraznější až při cca 40 s leptání, viz obr. 51.



Obr. 54 Detail kuličky grafitu u vzorku 43SA, Beraha I, 20 s, zvětšení 1000x.

Při leptání po dobu 40 s začínají být také výraznější hranice primárních zrn, které lze částečně vidět na obr. 52 v podobě tmavších oblastí matrice okolo ředin. V těchto místech jsou poté často nacházeny různé karbidy (bílá barva), z nichž jeden je vyfocen na obr. 53. Hranice těchto zrn jsou mnohem lépe vidět při menším zvětšení na obr. 55.



Obr. 55 Struktura vzorku 43SA leptaná pomocí Beraha I po dobu 60 s (zvětšení 100x).

Na obr. 56-61 jsou uvedeny struktury po 2 až 4 min aplikování činidla Beraha I na vzorek 43SA. Feritická zrna ve 2 min leptání (obr. 57) již byla zbarvena do výrazněji tmavších odstínů přecházejících z tmavě hnědé do modré a ve 4 min (obr. 61) jsou již zcela modrá. Dutiny, kolem kterých jsou tato zrna feritu obklopena, byly vytvořeny po kuličkách grafitu, jež byly vydroleny pravděpodobně už při procesu leštění, a proto se v tomto případě nejedná o vadu materiálu způsobenou plynem (tj. bubliny).



Obr. 56 Vzorek 43SA, Beraha I, 2 min, zvětšení 200x.



Obr. 57 Vzorek 43SA, Beraha I, 2 min, zvětšení 500x.



Obr. 58 Vzorek 43SA, Beraha I, 3 min, zvětšení 200x.



Obr. 60 Vzorek 43SA, Beraha I, 4 min, zvětšení 200x.



Obr. 59 Vzorek 43SA, Beraha I, 3 min, zvětšení 500x.



Obr. 61 Vzorek 43SA, Beraha I, 4 min, zvětšení 500x.

Jak je patrno z obr. 62 a částečně i z obr. 56, při 2 min leptání bylo dosaženo z hlediska zviditelnění hranic primárních zrn největšího barevného kontrastu. V případě tohoto vzorku se však jedná o hraniční dobu leptání činidlem Beraha I a po delším čase, jak je patrné z obr. 58 a 60, již dále nedochází k dalšímu zvyšování tohoto kontrastu, ale spíše k úbytku rozlišitelnosti jednotlivých detailů ve struktuře. Lze tedy tvrdit, že se v tomto případě již jedná o strukturu, která byla tímto činidlem přeleptána.



Obr. 62 Zviditelnění hranic primárních zrn u vzorku 43SA po 2 min leptání činidlem Beraha I (zvětšení 100x).

Vzorek 63DA s 6 % Ni leptaný činidlem Beraha I po dobu 20 až 60 s byl vyfocen na obr. 64-69 a na obr. 63 je opět pro srovnání ten stejný vzorek leptaný pomocí Nitalu. Ačkoliv bylo Nitalem u tohoto typu vzorku poskytnuto poměrně dobrého kontrastu z hlediska zviditelnění hranic primárních zrn, barevnost jednotlivých fází se zde zdá být poměrně jednotvárná a pro jejich odlišení je nutno použít barevného leptadla.



Obr. 63 Mikrostruktura vzorku 63DA po naleptání Nitalem.

Nejlepšího barevného kontrastu bylo v tomto případě dosaženo na obr. 66 (40 s), kde se dokonce podařilo zviditelnit hned několik dendritů, přičemž na obr. 67 je zobrazen jeden z nich se zvětšením 500x. Jeho výrazně světlejší barva oproti zbylé matrici je dána rozdílným chemickým složením v důsledku mikrosegregací prvků během tuhnutí taveniny.



Obr. 64 Vzorek 63DA, Beraha I, 20 s, zvětšení 200x.



Obr. 65 Vzorek 63DA, Beraha I, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 66 Vzorek 63DA, Beraha I, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 68 Vzorek 63DA, Beraha I, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 67 Vzorek 63DA, Beraha I, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 69 Vzorek 63DA, Beraha I, 60 s, zvětšení 500x.

Co se týče počtu karbidů, u vzorku 63DA jich bylo vyloučeno mnohem méně oproti vzorkům předcházejícím. Navíc jsou zde přítomny v podobě malých útvarů o velikosti do 11 µm, které jsou na obr. 69 (dole) jen velmi těžko postřehnutelné.

Na obr. 70 je poté ukázán vzorek 63DA se zvětšením 100x po 60 s leptání, což poskytuje větší přehled nad zbarvením jednotlivých převažujících fází, které nebylo při použití standardního leptadla (obr. 63) možno zpozorovat. Nažloutlé oblasti kovové matrice jsou výsledkem zbarvení ausferitu (tj. směsi malých latěk modrého feritu ve světlém zbytkovém austenitu), přičemž oblasti s převažující modrou barvou (na obrázku vpravo nahoře) jsou připisovány martenzitu, který byl podobně jako ferit zbarven domodra. Tenké tmavé útvary připomínající na výbruse jehlice, které jsou jasněji viditelné při větším zvětšení na obr. 69, jsou ve skutečnosti laťky dolního bainitu.



Obr. 70 Vzorek 63DA, Beraha I, 60 s, zvětšení 100x.

Aplikace leptadla Beraha I pro delší časy leptání je uvedena na obr. 71-76. Na obr. 71 je po 2 min leptání činidlem Beraha I stále možno vidět sérii různě orientovaných dendritů. Vzhledem k většímu množství tmavě zbarvených fází kovové matrice na obr. 75, lze usuzovat, že se již jedná o strukturu přeleptanou daným činidlem. Pokud by však daná mikrostruktura byla leptána za účelem zvýšení barevného kontrastu mezi matricí a karbidy, lze vzorek leptat i po dobu 4 min, neboť zde karbidy nejsou obarvovány a je jim ponechávána jejich přirozená bílá barva.



Obr. 71 Vzorek 63DA, Beraha I, 2 min, zvětšení 200x.



Obr. 72 Vzorek 63DA, Beraha I, 2 min, zvětšení 500x.





Obr. 73 Vzorek 63DA, Beraha I, 3 min, zvětšení 200x.

Obr. 74 Vzorek 63DA, Beraha I, 3 min, zvětšení 500x.



Obr. 75 Vzorek 63DA, Beraha I, 4 min, zvětšení 200x.



Obr. 76 Vzorek 63DA, Beraha I, 4 min, zvětšení 500x.



Obr. 77 Mikrostruktura vzorku 83DA po naleptání Nitalem.

Mikrostruktura vzorku 83DA po naleptání Nitalem byla opět pro srovnání vyfocena na obr. 77 a na následujících snímcích (obr. 78-83) je po naleptání činidlem Beraha I pro časy od 20 do 60 s. Je zřejmé, že se jedná o LKG s poměrně vysokým podílem nedokonale kuličkového grafitu. Co se zviditelnění eutektických buněk týče, nejlepší výsledky byly dosaženy po cca 40 s leptání, kdy došlo ke kontrastnímu zbarvení lamel uvnitř jednotlivých zrn dožluta, přičemž hranice těchto zrn byly vlivem rozdílného chemického složení zbarveny do tmavších odstínů.



Obr. 78 Vzorek 83DA, Beraha I, 20 s, zvětšení 200x.



Obr. 79 Vzorek 83DA, Beraha I, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 80 Vzorek 83DA, Beraha I, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 81 Vzorek 83DA, Beraha I, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 82 Vzorek 83DA, Beraha I, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 83 Vzorek 83DA, Beraha I, 60 s, zvětšení 500x.

Jak je poté ukázáno na makrostruktuře výbrusu na obr. 84, pro vzorek je rovněž typická vysoká heterogenita jednotlivých dominantních fází, které jsou typické pro dané oblasti a které nebylo před leptáním činidlem Beraha I možné na výbrusu zahlédnout. Výbrus vzorku 83DA tak byl pestře zbarven, přičemž pravá část výbrusu je charakteristická modrými fázemi (tj. převážně martenzit), kdežto vlevo jsou obsaženy převážně žluté ausferitické fáze. Na obr. 85 je zobrazena levá část vzorku se zvětšením 40x. Je patrné, že pro tmavá místa (na obr. 85 vpravo nahoře) je charakteristiké červené až modré zabarvení hranic eutektických buněk.



Obr. 84 Vzhled vzorku 83DA po vyjmutí z barevného leptadla a jeho očištění.



60 s je pravděpodobně pro vzorek 83DA hraniční, neboť leptá-li se delší dobu (obr. 86-91), jsou na mikrostruktuře výbrusu již nacházeny výrazné tmavé oblasti. Přesto však lze i po 4 min aplikování činidla Beraha I stále dobře rozlišit hranice jednotlivých primárních zrn. Tyto struktury je však již možno považovat za přeleptané.



Obr. 86 Vzorek 83DA, Beraha I, 2 min, zvětšení 200x.



Obr. 87 Vzorek 83DA, Beraha I, 2 min, zvětšení 500x.



Obr. 88 Vzorek 83DA, Beraha I, 3 min, zvětšení 200x.



Obr. 90 Vzorek 83DA, Beraha I, 4 min, zvětšení 200x.



Obr. 89 Vzorek 83DA, Beraha I, 3 min, zvětšení 500x.



Obr. 91 Vzorek 83DA, Beraha I, 4 min, zvětšení 500x.

4.2.5 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků po aplikaci Beraha-Martenzit

V další části experimentu byly vzorky 43DA, 43SA, 63DA a 83DA leptány činidlem Beraha-Martenzit. Vzhledem ke skutečnosti, že se jedná o silnější modifikaci leptadla Beraha I, jehož nejlepších výsledků bylo dosaženo převážně pro časy leptání do 60 s a v časech od 2 do 4 min byla obvykle struktura vzorku již mírně přeleptána, byly dané vzorky leptány činidlem Beraha-Martenzit pouze do 60 s a nad 1 min se již předpokládalo výrazného přeleptání u většiny z testovaných vzorků. Ukázky struktur 43DA a 63DA, které byly již po 2 min výrazně přeleptány činidlem Beraha-Martenzit jsou zobrazeny na obr. 92 a 93.

Mikrostruktury vzorku 43DA po aplikaci tohoto leptadla po dobu 20 s jsou uvedeny na obr. 94-99. Z obr. 95 je zřejmé, že nejlepšího barevného kontrastu bylo v tomto případě dosaženo již po 20 s leptání, kdy byly jednotlivé fáze v kovové matrici zbarveny do různých odstínů hnědé a karbidům je ponechávána jejich přirozená bílá barva. Hranice primárních zrn na obr. 94 jsou však stále málo výrazné. Po 40 s leptání jsou na struktuře vzorku již výrazné tmavé oblasti, u kterých došlo působením daného činidla k výraznějšímu přeleptání.



Obr. 92 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 2 min, zvětšení 200x.



Obr. 93 Vzorek 63DA, Beraha-Martenzit, 2 min, zvětšení 200x.



Obr. 94 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 200x.



Obr. 95 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 96 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 97 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 98 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 99 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 500x.

Z obr. 96 a 97 lze tedy konstatovat, že 20 s je pro vzorek 43DA hraniční hodnotou a po delším čase dochází již k postupnému tmavnutí jednotlivých fází vlivem jejich přeleptání, což je možno také sledovat se zvětšením 100x na obr. 100. Na obr. 101 byl poté vyfocen detail okolí kuliček grafitu po 60 s leptání a ve zvětšení 1000x. Je třeba také podotknout, že při ponoření vzorku do leptadla Beraha-Martenzit je na jeho povrchu již po pár vteřinách vytvářeno velké množství bílých produktů chemické reakce, které jsou postupně pevně přichytávány k povrchu výbrusu a které znemožňují kvalitní pozorování mikrostruktury. Tyto produkty lze navíc po delším čase leptání jen velmi obtížně z povrchu vzorku odstranit.



Obr. 100 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 100x.



Obr. 101 Vzorek 43DA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 1000x, detail okolí kuliček.

Vzorek 43SA je na obr. 102-107. Je vidět, že ačkoliv jde o vzorek se stejným chemickým složením jako 43DA (4 % Ni a 0,3 % Mo), ale větší tloušťkou stěny Y-bloku, bylo zde dosaženo jiného barevného kontrastu v závislosti na čase leptání. Například při aplikování leptadla Beraha-Martenzit na 43DA (obr. 97) po dobu 40 s bylo u vzorku vykazováno již výraznějšího přeleptání, kdežto u 43SA (obr. 105) nejsou známky přeleptání mikrostruktury tak výrazné. Z jednotlivých snímků na obr. 102-107 rovněž vyplývá, že se struktury vzorku 43SA v různých časech leptání mezi sebou příliš neliší a i po 60 s (obr. 107) struktura vykazuje vynikající barevný kontrast z hlediska rozlišitelnosti jednotlivých barevných fází okolní matrice. Lze tedy říci, že dochází hlavně ke zbarvování hranic primárních zrn a postupnému obarvování zrn feritu okolo kuliček grafitu z hnědých odstínů na modré.



Obr. 102 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 200x.



Obr. 104 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 103 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 105 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 106 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 107 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 500x.

Na obr. 108 je snímek karbidu (bílá), kuličky grafitu (tmavě šedá) a okolní matrice s jehlicovitou strukturou se zvětšením 1000x po 20 s aplikování leptadla Beraha-Martenzit. Vpravo na obr. 109 je poté snímek struktury po 60 s leptání v menším zvětšení, kde jsou jasně patrné tmavě zbarvené hranice primárních zrn. Ty jsou místem častého výskytu mikrostaženin.



Obr. 108 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 1000x.



Obr. 109 Vzorek 43SA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 100x.

Na obr. 110-115 byl vyfocen vzorek 63DA. Nejlepšího barevného kontrastu jednotlivých fází v jeho kovové matrici bylo dosaženo opět při 20 s, kdy byla mikrostruktura barevně rozdělena na oblasti s převažující modrou a nažloutlou barvou, viz obr. 110. Díky leptadlu Beraha-Martenzit se rovněž podařilo identifikovat několik dendritů, z nichž jeden je uveden na obr. 111.



Obr. 110 Vzorek 63DA, Beraha-Martenzit, 20 s, O zvětšení 200x.



Obr. 111 Vzorek 63DA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 112 Vzorek 63DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 113 Vzorek 63DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 114 Vzorek 63DA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 115 Vzorek 63DA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 500x.

Po 40 s byl ve struktuře sledován mírně zvýšený podíl bílých produktů po leptání (obr. 112), které bylo možné jen velice obtížně mechanicky vyčistit. Ve struktuře jsou navíc nacházeny mírně přeleptané tmavé oblasti (obr. 113), jejichž počet a velikost je po 60 s ještě navýšen. Kromě toho byl po 1 min leptání na povrchu výbrusu vytvořen silný povlak již zmíněných bílých produktů chemické reakce leptadla se vzorkem, viz obr. 116. Je nutno podotknout, že výbrus byl před leptáním vyleštěn a dokonale vyčištěn. Na obr. 117 je poté vyfocen okraj výrazně přeleptaného vzorku daným činidlem (vlevo) s částečnou pokrývkou bílých produktů ve tvaru pavučinek. Vrstva byla vpravo zakončena na hranici vzorku s epoxydovou pryskyřicí, do které je vzorek zalisován.



Obr. 116 Vzorek 63DA pokrytý vrstvou bílých produktů po 60 s leptání činidlem Beraha-Martenzit.



Obr. 117 Pohled na vrstvu bílých produktů u vzorku 63DA leptaného činidlem Beraha-Martenzit po 60 s (zvětšení 200x).

Poslední vzorek 83DA leptaný činidlem Beraha-Martenzit je na obr. 118-123. Opět zde bylo dosaženo nejlepšího barevného kontrastu při 20 s leptání a nad 20 s již dochází k tmavnutí jednotlivých fází. To má za následek snížení jejich vzájemného kontrastu.



Obr. 118 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 200x.



Obr. 120 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 119 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 20 s, zvětšení 500x.



Obr. 121 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 500x.



Obr. 122 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 200x.



Obr. 123 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 60 s, zvětšení 500x.

Při leptání po dobu 40 s a více jsou na povrchu výbrusu navíc opět nacházena místa s bílými produkty, objevující se převážně v dutinách a v jejich okolí. Jejich množství je pravděpodobně závislé na době leptání. Čím delší je doba leptání, tím je pozorováno větší množství těchto bílých produktů. Na obr. 124 a 125 je ukázán extrémní případ, kdy vzorek 83DA nebyl dokonale vyčištěn a na jeho povrchu byly vytvořeny bílé produkty ve tvaru pavučinek pokrývající kuličky grafitu a okolní matrici. Tuto strukturu pak již nelze vyčistit lihem napuštěným tampónkem a je nutno použít jiné metody, u kterých ale hrozí nebezpečí poškození samotného interferenčního filmu. V tomto případě je tedy doporučováno povrch vzorku znovu vyleštit (příp. i jemně přebrousit), vyčistit a znovu naleptat.



Obr. 124 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 200x.



Obr. 125 Vzorek 83DA, Beraha-Martenzit, 40 s, zvětšení 500x.

4.2.6 Obrazová analýza vzorků

Na závěr této části experimentu byla provedena obrazová analýza jednotlivých barevných fází pomocí programu QuickPHOTO INDUSTRIAL 3.2. Pro měření bylo předem vybráno vždy 10 reprezentativních mikrostruktur, které byly leptány činidlem Beraha I po dobu, u které bylo dosaženo nejlepšího barevného kontrastu pro daný vzorek. Aplikované časy leptání jednotlivých vzorků jsou uvedeny v tab. 17.

Tab. 17 Zvolené doby leptání jednotlivých vzorků pro obrazovou analýzu pomocí Beraha I.

Označení vzorku	43DA	43SA	63DA	83DA
Doba leptání	40 s	60 s	60 s	40 s

V tab. 18-21 jsou zobrazeny naměřené hodnoty základních barevných fází v procentech z celkové plochy snímku. Pozornost byla zaměřena především na fáze, které jsou charakteristické svou bílou (karbidy), hnědou (ausferit) a modrou barvou (ferit a martenzit). Na obr. 126 a 127 jsou uvedeny příklady měření modrých a hnědých ploch, které byly v programu QuickPHOTO INDUSTRIAL 3.2 červeně označeny. Je však nutno zdůraznit fakt, že, vzhledem k přítomnosti dalších přechodových barev ve struktuře, které jsou při obrazové analýze přehlíženy, různých forem grafitu, ředin a jiných dutin, součet bílé, světle hnědé a modré plochy nabývá hodnotu menší než 100 %.



Obr. 126 Měření modré plochy vzorku 83DA pomocí obrazové analýzy.



Obr. 127 Měření hnědé plochy vzorku 83DA pomocí obrazové analýzy.

Vzorek	43DA			
Barva	Hnědá	Modrá	Bílá	
	11,10	6,82	0,66	
	12,77	6,31	0,34	
	13,47	7,73	0,51	
	12,38	8,67	0,23	
Naměřené	12,49	7,53	0,23	
hodnoty	13,42	7,74	0,29	
	13,11	9,07	0,20	
	11,95	10,88	0,54	
	12,05	10,29	0,47	
	11,17	11,13	0,39	
Aritmetický průměr	12,39	8,62	0,39	
Směrodatná odchylka	0,7976	1,6041	0,1469	

Tab. 18 Naměřené hodnoty a hodnoty průměrů a směrodatných odchylek jednotlivých barev u vzorku 43DA.

Tab. 19 Naměřené hodnoty a hodnoty průměrů a směrodatných odchylek jednotlivých barev u vzorku 43SA.

Vzorek	43SA			
Barva	Hnědá	Modrá	Bílá	
	9,08	3,43	1,76	
	8,82	4,01	1,91	
	8,60	4,36	1,28	
	9,70	14,70	1,03	
Naměřené	8,08	12,80	0,72	
hodnoty	9,80	7,93	0,64	
	7,15	6,15	1,11	
	7,28	7,82	1,16	
	8,08	5,59	0,75	
	6,46	3,38	1,59	
Aritmetický průměr	8,31	7,02	1,20	
Směrodatná odchylka	1,0499	3,7274	0,4196	

Vzorek	63SA			
Barva	Hnědá	Modrá	Bílá	
	10,01	14,00	0,21	
	15,46	14,08	0,32	
	10,12	10,61	0,58	
	5,19	14,09	0,14	
Naměřené	13,99	11,68	0,13	
hodnoty	11,97	10,90	0,29	
	12,68	12,04	0,16	
	10,68	11,48	0,14	
	8,47	15,82	0,05	
	7,80	14,32	0,05	
Aritmetický průměr	10,64	12,90	0,21	
Směrodatná odchylka	2,8902	1,6748	0,1501	

Tab. 20 Naměřené hodnoty a hodnoty průměrů a směrodatných odchylek jednotlivých barev u vzorku 63DA.

Tab. 21 Naměřené hodnoty a hodnoty průměrů a směrodatných odchylek jednotlivých barev u vzorku 83DA.

Vzorek	83DA			
Barva	Hnědá	Modrá	Bílá	
	10,48	30,30	0,02	
	8,05	16,11	0,07	
	10,42	19,65	0,08	
	10,40	20,62	0,02	
Naměřené	8,25	23,95	0,04	
hodnoty	12,36	19,85	0,02	
	7,83	28,32	0,01	
	12,08	21,40	0,07	
	13,87	24,18	0,07	
	14,24	20,60	0,04	
Aritmetický průměr	10,80	22,50	0,04	
Směrodatná odchylka	2,2051	4,0493	0,0250	

Ze zjištěných hodnot směrodatných odchylek lze usuzovat, že díky obrazové analýze byla poskytnuta pouze přibližná představa o skutečných podílech přítomných fází ve struktuře vzorků. U většiny měřených barevných fází byla vykazována hodnota směrodatné odchylky blízká hodnotě aritmetického průměru, což je zapříčiněno jak nepřesností způsobenou náročností měření v důsledku přechodu barev mezi sebou, tak volbou měřeného místa vzorku. Navíc vzhledem ke skutečnosti, že modrou barvou byl zbarven jak ferit, tak martenzit a u feritu byla sledována změna barev z hnědé na modrou, nelze k daným barvám tyto strukturní fáze jednoznačně přiřadit. Barva s největší vypovídající hodnotou z hlediska velikosti směrodatné odchylky byla fáze s hnědým odstínem (ausferit). Zde byla vypočítána nejmenší hodnota směrodatné odchylky vzhledem k velikosti získaného aritmetickému průměru.

Co se naměřených ploch barevných fází týče, největší podíl hnědé fáze byl ze všech analyzovaných vzorků naměřen u 43DA 12,39 % (obr. 128) s velmi malou směrodatnou odchylkou 0,7976. Naopak nejmenší byl zjištěn u 43SA s 8,31 % hnědé fáze. Modrá fáze odhalující ferit či martenzit od zbylé matrice byla převažující u vzorku 83DA (22,50 %) a naopak nejmenší u vzorku 43SA s průměrným výskytem 7,02 %, což se dalo u těchto vzorků vzhledem k jejich chemickému složení očekávat. Bílé karbidy v kovové matrici byly charakteristické hlavně u vzorku 43SA (1,20 % bílé fáze), kde byly vyloučeny na hranicích eutektických buněk. Jejich nejmenší počet byl detekován u vzorku 83DA, kde aritmetický průměr nabýval hodnoty 0,04 % se směrodatnou odchylkou 0,0250. Na obr. 128 je poté uveden graf, ve kterém jsou měřené fáze u jednotlivých vzorků porovnány.



Obr. 128 Porovnání velikostí ploch barevných fází u měřených vzorků.

4.3 Leptání litinových vzorků podle Beraha CdS

Třetím testovaným leptadlem bylo činidlo Beraha CdS. Jak již bylo dříve řečeno, jedná se o speciální leptadlo, které je z hlediska času mnohem náročnější na přípravu a je používáno pro leptání podobných typů materiálů, jako bylo v případě Beraha-Martenzit. Cílem experimentu tedy bylo porovnat rozdíly v barevných kontrastech jednotlivých fází u vzorků 43DA, 43SA, 63DA a 83DA, které byly naleptány činidlem Beraha CdS, s výsledky získanými po leptání Beraha I a Beraha-Martenzit v předchozí kapitole. V neposlední řadě budou tyto výsledky rovněž porovnány s poznatky získanými z teoretické části.

4.3.1 Příprava leptadla Beraha CdS

V zásadě lze přípravu tohoto leptadla rozdělit na dvě fáze: smíchání dílčích složek v daném pořadí a odležení roztoku po dobu min. 24 hod. Množství přísad bylo voleno tak, aby bylo získáno 400 ml výsledného roztoku a jednotlivé složky byly v doporučeném poměru, který je uváděn G. F. Vander Voortem v tab. 4 v kapitole 3.1.2 Leptání podle Beraha. Složení činidla Beraha CdS použité v tomto experimentu je poté ukázáno v tab. 22.

1 ab. 22 Siozeni testovalieno reptadia Derana Cus.
--

	Destil. H ₂ O	$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	kysel. citronová	CdCl ₂
BERAHA CdS	400 ml	96 g	12 g	9 g

Nejprve tedy bylo ve skleněné tmavé nádobě smícháno 96 g thiosíranu sodného s destilovanou vodou o objemu 400 ml. Po následném přidání 12 g kyseliny citronové došlo k bílému zakalení roztoku, do kterého se ještě vmíchalo 9 g chloridu kademnatého. Hotový neprůhledný roztok byl poté odložen na tmavé místo do skříně, kde byl ponechán 24 hod při pokojové teplotě.

Následující den bylo vždy před leptáním z nádoby odlito cca 100 ml roztoku, který bylo nutno přefiltrovat přes filtrační papír. Díky tomu došlo k oddělení roztoku od kalu. Filtrací byl opět získán transparentní roztok, ve kterém byly vzorky 43DA, 43SA, 63DA a 83DA leptány.

4.3.2 Aplikace leptadla Beraha CdS

Každý výbrus byl vždy před leptáním vybroušen, vyleštěn a vyčištěn stejným způsobem jako před leptáním činidly Beraha I a Beraha-Martenzit. Leptání bylo opět prováděno za mokra tím způsobem, že byla nanesena tenká vrstva destilované vody na povrch výbrusu. Poté byl vzorek ponořen do leptadla po dobu 90 s. Po uplynutí stanoveného času byl vzorek z činidla vytažen, opláchnut vodou, bezprostředně potom lihem a ofouknut teplým vzduchem. Na rozdíl od předchozích testovaných leptadel zde již nebylo zapotřebí povrch metalografického výbrusu před následujícím pozorování světelnou mikroskopií znovu důkladně čistit, neboť leptadlo při aplikaci nevytvářelo žádné vedlejší produkty chemické reakce s povrchem vzorku, jako tomu bylo u činidel Beraha I a Beraha-Martenzit. V tomto případě tedy nehrozilo, že by mohlo dojít k nechtěnému poškození transparentního filmu při čištění výbrusu. Vzorek byl tedy pouze opláchnut od zbytků leptadla a přesunut k jeho analýze pod světelným mikroskopem. Přefiltrované leptadlo bylo použitelné max. 2 hod. Postupem času docházelo k opětovnému zakalení roztoku, a tudíž ho bylo nutno vyměnit za čerstvé.

4.3.3 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků

Na obr. 129-132 je struktura vzorku 43DA, na kterou bylo aplikováno činidlo Beraha CdS. Je zřejmé, že zde nedošlo k tak výraznému barevnému kontrastu, jako tomu bylo v případě předchozích leptadel Beraha I a Beraha-Martenzit. Došlo pouze ke zbarvení některých jehlic ve struktuře, která nebyla vůbec nebo pouze částečně ovlivněna. Podle informací uváděných v kapitole 3.1.2 Leptání podle Beraha jsou tmavě hnědé jehlice připisovány bainitické fázi, která je obklopena barevně neovlivněným zbytkovým austenitem.



Obr. 129 Vzorek 43DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 200x.



Obr. 130 Vzorek 43DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 500x.



Obr. 131 Vzorek 43DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 200x, polarizované světlo.



Obr. 132 Vzorek 43DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 100x.

Za účelem snahy zvýšit barevný kontrast byla naleptaná struktura z obr. 129 sledována i v polarizovaném světle, viz obr. 131. Došlo však pouze ke zvýraznění některých dutin a lupínků grafitu, ale zlepšení kontrastu nahnědlých fází nebylo pozorováno. Dále je možno si na obr. 132 povšimnout, že leptadlem nebyly zviditelněny dendrity přítomné ve struktuře.

Po aplikaci stejného leptadla na povrch vzorku 43SA (obr. 133-136) byla struktura pestrobarevně rozdělena na hnědé, modré a modrofialové oblasti, přičemž karbidům (obr. 135) byla ponechána jejich bílá barva. Ke zbarvení některých feritických fází do modra došlo pravděpodobně v důsledku jejich rozdílného chemického složení přičemž, jak si lze povšimnout, světle hnědé oblasti jsou často nacházeny v bezprostřední blízkosti ředin (obr. 133 vpravo), kde byla struktura vzorku ztuhlá naposled. Na obr. 136 je vyfocena struktura vzorku 43SA v mnohem menším zvětšením, což poskytuje celkový přehled nad modrými a světle hnědými oblastmi, jejichž vzájemné hranice jsou tvořeny relativně širokým nafialovělým pásmem.



Obr. 133 Vzorek 43SA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 200x.



Obr. 134 Vzorek 43SA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 500x.



Obr. 135 Vzorek 43SA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 1000x.



Obr. 136 Vzorek 43SA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 50,4x.

U vzorku 63DA (obr. 137-140), jehož mikrostruktura je oproti 43SA charakteristická jemnějšími a špičatějšími laťkami dolního bainitu (obr. 139), je modrofialová hranice mezi světle hnědou a modrou oblastí výrazně tenčí. Rovněž bylo dosaženo mnohem světlejších modrých oblastí, které, jak si lze všimnou z obr. 140, jsou v místech, kde není červíkovitý grafit rozložený ve tvaru růžic. Naopak pro místa vzorku se zvýšeným výskytem kuliček jsou jasně modré zóny typické. Občas lze také v těchto oblastech zahlédnout tenký hnědý prstenec okolo grafitových kuliček. Je však také nutno poznamenat, že ne všude, kde jsou přítomny kuličky grafitu, lze najít i tyto modré oblasti. Přítomnost modrých zón tedy bude s velkou pravděpodobností zapříčiněna především rozdílným chemickým složením struktury v důsledku segregací prvků (Si, Ni apod.).



Obr. 137 Vzorek 63DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 200x.



Obr. 138 Vzorek 63DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 500x.



Obr. 139 Vzorek 63DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 1000x.



Obr. 140 Vzorek 63DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 100x.

Na obr. 141 a 142 je vzorek 83DA, u kterého naopak nejsou, pravděpodobně v důsledku vysokého podílu martenzitu, po 90 s aplikování leptadla Beraha CdS patrné žádné výrazné změny ve struktuře. Došlo pouze k nepatrnému ztmavnutí kovové matrice v oblastech hranic eutektických buněk v důsledku mikrosegregací, přičemž jehlice nebyly zviditelněny. Na obr. 142 byl vzorek sledován i v polarizovaném světle, nicméně ani poté ke zvýšení barevného kontrastu nedošlo.



Obr. 141 Vzorek 83DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 200x.



Obr. 142 Vzorek 83DA, Beraha CdS, 90 s, zvětšení 200x, polarizované světlo.

4.4 Leptání vzorků ze slitin Al podle Wecka

Na závěr bylo ještě plánováno otestovat použitelnost některého z barevných leptadel na slitiny neželezných kovů. Bylo tedy upuštěno od litinových vzorků 43DA, 43SA, 63DA a 83DA a přešlo se na dva vzorky ze slitin Al: bez tepelného zpracování a po vytvrzení. V obou případech se jednalo o siluminy AlSi7Mg. Jako nejvhodnější činidlo bylo v tomto případě vybráno leptadlo podle Wecka, od kterého bylo očekáváno zviditelnění precipitátů, které vznikly ve struktuře po vytvrzení.

4.4.1 Příprava Weckova leptadla

Příprava daného činidla nebyla v porovnání s ostatními testovanými leptadly tak časově náročná a bylo ho možno použít i následující den. Nejprve byly ve skleněné nádobě se 100 ml destilované vody smíchány 4 g manganistanu draselného (KMnO₄) podle tab. 23. Poté se přidal 1 g hydroxidu sodného (NaOH) a hotový roztok byl důkladně promíchán.

	Destilovaná H ₂ O	KMnO ₄	NaOH
WECK	100 ml	4 g	1 g

4.4.2 Aplikace Weckova leptadla

Vzorky ze siluminu byly nejprve odřezány a vybroušeny stejným způsobem jako vzorky litinové. Leštění bylo opět prováděno při 150 ot/min kotoučem typu MD-Dac s nanesenou leštící diamantovou suspenzí DiaDuo-2 o zrnitosti 3µm. Poté byly vzorky ještě leštěny pomocí koloidního roztoku oxidu křemičitého OP-U NonDry o zrnitosti 0,04 µm a důkladně vyčištěny vodou a lihem.

Leptání vzorků bylo opět prováděno za mokra nanesením tenké vrstvy destilované vody na povrch výbrusu. Vzhledem k neprůhlednému tmavě fialovému zbarvení Weckova činidla manganistanem draselným bylo velmi obtížné vizuálně kontrolovat průběh barevného leptání daného vzorku. Doba leptání byla nakonec stanovena na 30 s.

4.4.3 Analýza struktur vzorků a diskuze výsledků

Na obr. 143 a 144 byl pro srovnání vyfocen vzorek siluminu v litém stavu (tj. bez tepelného zpracování). Z mikrostruktury výbrusu na obr. 143 jsou jasně patrné světlé dendrity tuhého roztoku hliníku α . V mezidendritických prostorách při větším zvětšení na obr. 144 je poté možno vidět eutektikum, které bylo modifikováno Na.



Obr. 143 Silumin v litém stavu, nenaleptáno, zvětšení 200x.



Obr. 144 Silumin v litém stavu, nenaleptáno, zvětšení 500x.

Struktura po naleptání činidlem podle Wecka, která byla pozorována při zvětšení 200x, je uvedena na obr. 145. Díky leptadlu zde bylo dosaženo výrazně vyššího barevného kontrastu eutektického Si (zelená až zelenomodrá) oproti jednotlivým dendritům α (Al) (světle hnědá). Rovněž bylo možno v důsledku mikrosegregací zřetelně rozlišit hranici těchto dendritů od tuhého roztoku Al obsaženého v eutektiku, viz obr. 146.



Obr. 145 Silumin v litém stavu, leptadlo Weck, zvětšení 200x.



Obr. 146 Silumin v litém stavu, leptadlo Weck, zvětšení 500x.

Na obr. 147 je vyfocena struktura naleptaného vzorku v mnohem menším zvětšení (50,4x) a na obr. 148 byl vzorek sledován v polarizovaném světle. Detail eutektika nevytvrzeného siluminu je poté uveden na obr. 149, přičemž na obr. 150 je pro porovnání ukázán snímek stejného místa, které bylo pozorováno opět v polarizovaném světle.



Obr. 147 Silumin v litém stavu, leptadlo Weck, zvětšení 50,4x.



Obr. 149 Silumin v litém stavu, leptadlo Weck, zvětšení 1000x.



Obr. 148 Silumin v litém stavu, leptadlo Weck, zvětšení 200x, polarizované světlo.



Obr. 150 Silumin v litém stavu, leptadlo Weck, zvětšení 1000x, polarizované světlo.

Na výbrusu siluminu po vytvrzení byl eutektický Si vyloučen ve tvaru hrubších částic, viz obr. 151 a 152. U materiálu byl rovněž pozorován vyšší podíl ředin oproti předchozímu vzorku bez tepelného zpracování, které byly nacházeny v místech posledního tuhnutí v mezidendritických prostorech. Kromě jednotlivých dendritů, eutektického Si a ředin však nebylo možno další detaily v nenaleptaném stavu odhalit.



Obr. 151 Vytvrzený silumin, nenaleptáno, zvětšení 200x.

Obr. 152 Vytvrzený silumin, nenaleptáno, zvětšení 500x.

Po aplikování Weckova leptadla po dobu 30 s, viz obr. 153-156, bylo dosaženo výrazně rozdílného vzhledu v barevném kontrastu struktury vytvrzeného vzorku oproti vzorku, jenž nebyl vytvrzen. Dendrity roztoku α(Al) zde byly zbarveny do výrazně tmavších odstínů hnědé se zrnitým charakterem a s méně výraznou hranicí oddělující buňky dendritů od eutektické fáze. Zrnitý vzhled těchto dendritů, který je více patrný při větším zvětšení na obr. 155, je připisován jemným precipitátům vzniklým pravděpodobně po vytvrzení siluminu, jak je rovněž uvedeno v teoretické části v kapitole 3.4.1 Leptání slitin Al podle Wecka. Lze si rovněž povšimnout jasně bílého zbarvení bezprostředního okolí ředin. Na obr. 156 byl opět vyfocen snímek struktury při mnohem menším zvětšení s cílem poskytnout celkový přehled nad strukturou materiálu a orientací jednotlivých dendritů.



Obr. 153 Vytvrzený silumin, leptadlo Weck, zvětšení 200x.



Obr. 154 Vytvrzený silumin, leptadlo Weck, zvětšení 500x.



Obr. 155 Vytvrzený silumin, leptadlo Weck, zvětšení 1000x.



Obr. 156 Vytvrzený silumin, leptadlo Weck, zvětšení 50,4x.

Na posledních obr. 157 a 158 je ukázán vzhled naleptaného okraje vzorku. Jak je patrno z obr. 157, hranice vzorku se zalisovanou pryskyřicí byla pestrobarevně zbarvena do bílé a žluté barvy. Při pozorování tohoto vzorku v polarizovaném světle, viz obr. 158, bylo docíleno zeleného až zelenomodrého zbarvení jednotlivých dendritů, eutektický Si byl v tomto případě zbarven tmavě hnědě až černě a u hranice s pryskyřicí (vlevo dole) jsou pozorovány duhově modré odstíny barev. Co se ředin a jiných dutin týče, u nich bylo dosaženo kontrastně zářivého bílého zbarvení, což umožňuje pozorovateli je snadno odhalit.



Obr. 157 Vytvrzený silumin, leptadlo Weck, zvětšení 500x.



Obr. 158 Vytvrzený silumin, leptadlo Weck, zvětšení 200x, polarizované světlo.

ZÁVĚR

V teoretické části práce byly postupně popsány nejpoužívanější typy barevných leptadel, čímž byla vytvořena rešerše pojednávající o jejich přípravě a možných aplikacích. Dále byly rovněž sepsány poznatky získané z předchozích výzkumných prací zaměřující se na tato činidla, které byly později v praktické části postupně ověřovány. Mezi barevná leptadla, jež byla v této práci zkoumána, bylo vybráno činidlo Beraha I, Beraha-Martenzit, Beraha CdS a Weck. První tři leptadla, vhodná pro slitiny Fe, byla postupně aplikována na vzorky legovaných litin s různým obsahem Ni a tloušťkou stěny výchozího Y-bloku. Poté byla provedena obrazová analýza jednotlivých zbarvených fází.

V případě leptadla Beraha I a Beraha-Martenzit byl martenzit zbarven modře, zbytkový austenit světle hnědě a u feritu byla pozorována změna barev z hnědé na modrou v závislosti na čase leptání. Karbidy byly vždy bílé. Co se vzorku 43DA s 4 % Ni a tloušťkou stěny Ybloku 25 mm týče, zde bylo u Beraha I dosaženo nejlepšího barevného kontrastu jednotlivých fází po cca 40 s, kdežto hranice eutektických buněk byly lépe rozlišitelné až po 3 min. Po 4 min bylo možno strukturu prohlásit za výrazně přeleptanou. U vzorku 43SA se stejným chemickým složením a větší tloušťkou stěny bylo však u Beraha I pozorováno výrazně odlišné chování. Zde nebylo u mikrostruktury až do 60 s sledováno výrazných změn v barevném kontrastu oproti 43DA. Po 40 s byly však zaznamenány větší rozdíly v různých odstínech feritických zrn v důsledku jejich odlišných krystalografických orientací. Hranice primárních austenitických zrn byly výraznější po 2 min leptání a po 3 min byla struktura již prohlášena za přeleptanou. U vzorku 63DA se 6 % Ni bylo nejlepšího barevného kontrastu u stejného činidla dosaženo jak po 20 s, tak i po 40 s, přičemž rozdíly v jednotlivých kontrastech nebyly tak výrazné a strukturu bylo možno prohlásit za přeleptanou již po 2 min aplikování Beraha I. Pro vzorek 83DA s 8 % Ni byla typická vysoká chemická heterogenita rozdělující vzorek na část s převažujícím martenzitem a ausferitem. Zde bylo po 40 s pozorováno nejlepšího barevného kontrastu z hlediska jednotlivých fází. Vzorek přitom i po 4 min nevykazoval výraznější známky přeleptání. Rovněž byla provedena obrazová analýza vybraných barev v kovové matrici, přičemž modrá barva (ferit a martenzit) byla dominantní u vzorku 83DA (22,50 %) a naopak nejméně častá u 43SA (7,02 %). Nejvyšší podíl hnědé plochy (ausferit) byl pozorován u 43DA (12,39 %) a nejmenší opět u 43SA (8,31 %). Tyto hodnoty barevných ploch jsou však pouze orientační a nelze k nim jednoznačně přiřadit jednotlivé strukturní složky, což ani nebylo hlavním cílem této práce. Pro jednoznačné určení by bylo nutno provést další analýzy (mikrotvrdost, fázová analýza pomocí RTG difrakce, elektronový mikroskop apod.).

U činidla Beraha-Martenzit bylo téměř u všech výše zmíněných vzorků nejlepšího barevného kontrastu dosaženo již při 20 s leptání. Výjimkou byl vzorek 43SA, u kterého bylo pozorováno dobrého kontrastu i po 60 s. U vzorků 43DA a 63DA byly struktury již prohlášeny za přeleptané.

V případě činidla Beraha CdS nebylo získáno tak pozitivních výsledků, jako u předcházejících leptadel. Činidlo pouze zvýraznilo odmíšení prvků u vzorků 43SA a 63DA obarvením některých jehlic a latěk dolního bainitu jasně modrou barvou. Zbytek mikrostruktury zůstal nedotčen.

Aplikovatelnost barevného leptání byla, kromě vzorků litin, také testována na vzorcích siluminů AlSi7Mg, z nichž pouze jeden byl tepelně zpracovaný. U Weckova leptadla zde byl v obou případech výrazně navýšen barevný kontrast eutektika vůči dendritům α (Al).

Ačkoliv bylo barevným leptáním umožněno rozlišit strukturní složky pouze pomocí technik světelné mikroskopie, které by nebyly bez použití těchto činidel zviditelněny, není následná analýza těchto fází snadná. Je zde vyžadována zkušenost a praxe.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ [38]

- 1. MACHEK, Václav. *Kovové materiály 2: vlastnosti a zkoušení kovových materiálů*. Praha: České vysoké učení technické, 2014. ISBN 978-80-01-05527-4.
- 2. PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-7204-283-1.
- HRIVŇÁKOVÁ, Dáša a Ivan HRIVŇÁK. Materiálografia. 2. vydanie. Bratislava: Slovenská technická univerzita, 2018. Edícia vysokoškolských učebníc. ISBN 978-80-227-4773-8.
- 4. KEM 35 světle zelený poloprůhledný prášek. In: *Metalco Material testing* [online]. Roztoky u Prahy: Metalco Testing, c2022 [cit. 2021-12-03]. Dostupné z: https://www.metalco.cz/hmoty-pro-zalevani-za-studena/pryskyrice-pro-zalevani-zastudena-kem-35-prasek-1000g/
- 5. About FEPA. *FEPA Federation of European Producers of Abrasives* [online]. Courbevoie: FEPA, c2022 [cit. 2021-12-01]. Dostupné z: https://fepaabrasives.org/about-fepa/
- 6. SiC brusný papír 200 mm, zrnitost 1200, 100 ks. In: *TSI System* [online]. Brno: TSI System, c2015 [cit. 2021-12-03]. Dostupné z: http://www.tsisystem.cz/sic-brusny-papir/variant/sic-brusny-papir-200-1200/
- 7. Bruska/leštička AutoMet 250. In: *HANYKO Praha* [online]. Praha: HANYKO Praha, c2016 [cit. 2021-12-03]. Dostupné z: https://www.hanyko-praha.cz/produkty/metalografie/brusky-a-lesticky/bruskalestcka-automet-250/
- 8. ŠEBESTOVÁ, Hana. *Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii: studijní text k předmětům SLO/ZNM2 a SLO/BTM2* [online]. [cit. 2021-12-03]. Dostupné z: https://docplayer.cz/8177076-Zaklady-pripravy-vzorku-pro-optickou-metalografii.html
- VANDER VOORT, George Frederic. Color Metallography. ASM Handbook [online]. ASM International, January 2004, 9, s. 493-512 [cit. 2021-11-07]. Dostupné z: doi:10.1361/asmhba0003752
- WEILNHAMMER, Gabriele. Anwendung der Farbätztechnik an Nichteisenmetallen. *Praktische Metallographie* [online]. Berlin: Walter de Gruyter, 2021, 58(9), s. 560-569 [cit. 2021-11-07]. ISSN 2195–8599. Dostupné z: doi:10.1515/pm-2021-0046
- 11. SKOČOVSKÝ, Petr a Tomáš PODRÁBSKÝ. *Farebná metalografia zliatin železa*. Žilina: Žilinská univerzita, 2001. ISBN 80-7100-911-3.
- SZABO, Péter János a Ibolya KARDOS. Correlation between grain orientation and the shade of color etching. *Materials Characterization* [online]. Amsterdam: Elsevier, 2010, 61(8), s. 814-817 [cit. 2021-11-14]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1044580310001403
- JIYANG, Zhou. Colour Metallography of Cast Iron: Chapter 1 Introduction. *China Foundry* [online]. 2009, 6(2), s. 152-157 [cit. 2022-02-18]. Dostupné z: https://www.academia.edu/6856225/CHINA_FOUNDRY_Colour_Metallography_of_Cast_Iron

- HALLIDAY, David, Robert RESNICK a Jearl WALKER, DUB, Petr, ed. Fyzika. Svazek 2. 2. přeprac. vyd. Přeložil Miroslav ČERNÝ. Brno: VUTIUM, c2013. Překlady vysokoškolských učebnic, svazek 4. ISBN 978-80-214-4123-1.
- KUPKOVÁ, Hana, Dana BARÁNKOVÁ a Jaroslav PETR. Interference světla: Interference světla na tenké vrstvě. *ELUC - Elektronická učebnice* [online]. Ministerstvo školství, mládeže a tělovýchovy, 2015 [cit. 2022-02-18]. Dostupné z: https://eluc.ikap.cz/verejne/lekce/1698
- HALLIDAY, David, Robert RESNICK a Jearl WALKER, DUB, Petr, ed. Fyzika. Svazek 1. 2. přeprac. vyd. Přeložil Miroslav ČERNÝ. Brno: VUTIUM, c2013. Překlady vysokoškolských učebnic, svazek 4. ISBN 978-80-214-4123-1.
- CHRISTIAN, Ursula a Norbert JOST. Ferrite-perlite microstructure. In: *Leica Microsystems* [online]. Wiernsheim: Leica Microsystems, c2022, 30 August 2011 [cit. 2022-02-11]. Dostupné z: https://www.leica-microsystems.com/sciencelab/metallography-with-color-and-contrast/
- REISINGER, Stephan, Gerald RESSEL, Sven ECK a Stefan MARSONER. Differentiation of grain orientation with corrosive and colour etching on a granular bainitic steel. *Micron* [online]. Elsevier, August 2017, **99**, s. 67-73 [cit. 2022-02-13]. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1016/j.micron.2017.04.002
- 19. Monel. *Lenntech* [online]. Delfgauw: Lenntech, c1998-2022 [cit. 2022-02-13]. Dostupné z: https://www.lenntech.com/monel.htm
- 20. BONYÁR, Attila, József RENKÓ, Dorina KOVÁCS a Péter J. SZABÓ. Understanding the mechanism of Beraha-I type color etching: Determination of the orientation dependent etch rate, layer refractive index and a method for quantifying the angle between surface normal and the (100), (111) directions for individual grains. *Materials Characterization* [online]. Elsevier, October 2019, **156**, s. 1-11 [cit. 2022-02-13]. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109844
- 21. SKOČOVSKÝ, Petr a Ivan ŠIMAN. *Štruktúrna analýza liatin*. Bratislava: Alfa, 1989. Edícia hutníckej literatúry. ISBN 80-05-00092-8.
- VANDER VOORT, George Frederic. Color Metallography. *Microscopy Today* [online]. Microscopy Society of America, November 2005, **13**(6), s. 22-27 [cit. 2022-02-13]. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1017/S1551929500053943
- 23. ALSULTAN, Saba, Caroline QUITZKE, Zhaoyang CHENG, Lutz KRÜGER, Olena VOLKOVA a Marco WENDLER. Strain-Induced Martensite Formation and Mechanical Properties of Fe–19Cr–4Ni–3Mn–0.15N–0.15C Austenitic Stainless Steel at Cryogenic Temperature. *Steel Research International* [online]. Wiley-VCH, 26 January 2021, **92**(6), s. 1-9 [cit. 2022-03-10]. Dostupné z: doi:10.1002/srin.202000611
- 24. AKYEL, Fatma, Max GAMERDINGER, Simon OLSCHOK, Uwe REISGEN, Alexander SCHWEDT a Joachim MAYER. Adjustment of chemical composition with dissimilar filler wire in 1.4301 austenitic stainless steel to influence residual stress in laser beam welds. *Journal of Advanced Joining Processes* [online]. Elsevier, 3 December 2021, 5, s. 1-11 [cit. 2022-03-12]. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1016/j.jajp.2021.100081
- 25. Ústav petrologie a strukturní geologie: EBSD. *Přírodovědecká fakulta Univerzita Karlova* [online]. Praha: Přírodovědecká fakulta Univerzita Karlova, 2011 [cit. 2022-03-12]. Dostupné z: https://www.natur.cuni.cz/geologie/petrologie/laboratore/sem/ebsd
- KONEČNÁ, Radomila a Stanislava FINTOVÁ. Praktická metalografia: Projekt KEGA č. 3/6110/08 [online]. Žilina: Žilinská univerzita, 2010 [cit. 2022-03-12].
 Dostupné z: http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/10/Prakticka_Metalografia.pdf
- 27. VANDER VOORT, George Frederic. *Matallography: Principle and Practise*. Materials Park (OH): ASM International, c1999, xiv, 752 s. ISBN 978-0-87170-672-0.
- PRENGAMAN, R. David. New low-antimony alloy for straps and cycling service in lead–acid batteries. *Journal of Power Sources* [online]. Elsevier, 18 April 2006, **158**(2), s. 1110-1116 [cit. 2022-03-17]. Dostupné z: doi:10.1016/j.jpowsour.2006.02.079
- 29. Kyselina fluorovodíková. *Krizport* [online]. Portál krizového řízení HZS JmK, c2020 [cit. 2022-03-18]. Dostupné z: https://www.krizport.cz/ohrozeni/nebezpecne-latky-vjmk/kyselina-fluorovodikova
- 30. PIASKOWSKI, Jerzy a Janina RADZIKOWSKA. Etchants for ancient iron implements. *Advanced materials & processes* [online]. Materials Park (OH): ASM International, February 2001, **159**(2), s. 45-47 [cit. 2022-03-19]. ISSN 0882-7958. Dostupné z: https://www.asminternational.org/search/-/journal_content/56/10192/AMP15902P045/PERIODICAL-ARTICLE
- 31. MICHNA, Štefan, Ivan LUKÁČ, Vladivoj OČENÁŠEK, Rudolf KOŘENÝ, Jaromír DRÁPALA, Heinz SCHNEIDER a Andrea MIŠKUFOVÁ. *Encyklopedie hliníku*. Prešov: Adin, 2005. ISBN 80-89041-88-4.
- 32. Aluminium 6013-T8. *Metal Ministry Inc.* [online]. Bombaj: Metal Ministry, c2020 [cit. 2022-02-19]. Dostupné z: http://www.steelsalesonline.com/aluminium-6013-t8-chemical-properties.html
- 33. SUÁREZ-PEÑA, Beatriz, Juan ASENSIO-LOZANO a George Frederic VANDER VOORT. Metalografía a color en aleaciones Al-Si comerciales. Optimización de las técnicas de caracterización microestructural mediante microscopía óptica de reflexión. *Revista de Metalurgia* [online]. CSIC, October 2010, 46(5), s. 469-476 [cit. 2022-02-20]. ISSN 1988-4222. Dostupné z: doi:10.3989/revmetalm.1013
- 34. PRAPASAJCHAVET, Kamolwat, Yohei HARADA a Shinji KUMAI. Microstructure Analysis of Al–5.5at%Mg Alloy Semi-solid Slurry by Weck's Reagent. *International Journal of Metalcasting* [online]. 2017, **11**(1), 123-130 [cit. 2022-02-19]. ISSN 1939-5981. Dostupné z: doi:10.1007/s40962-016-0084-9
- SCHMALEN, Pascal, Karthik MATHIVANAN a Peter PLAPPER. Metallographic Studies of Dissimilar Al-Cu Laser-Welded Joints Using Various Etchants. *Metallography, Microstructure, and Analysis* [online]. November 2018, 8(1), s. 3-11 [cit. 2022-02-19]. ISSN 2192-9262. Dostupné z: doi:10.1007/s13632-018-0501-y
- 36. Co je CP titan?. In: *Lkalloy* [online]. Xixian: Lkalloy, c2018, Října 29, 2018 [cit. 2022-02-19]. Dostupné z: https://lkalloy.com/cs/whats-cp-titanium/
- VÁVROVÁ, Veronika. Výroba a vlastnosti vysokopevných litin v litém stavu [online]. Brno, 2022 [cit. 2022-05-20]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/studenti/zavprace/detail/140298. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce Václav Kaňa.

38. *Citace PRO* [online]. Brno: Ústřední knihovna VUT, c2012-2020 [cit. 2022-05-05]. Dostupné z: https://www.citacepro.com/

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

Symboly

Označení	Legenda	Jednotka
с	rychlost šíření světla ve vakuu	[m/s]
d	tloušťka vrstvy (povlaku)	[m]
k	libovolné přirozené číslo	[-]
n	index lomu světla	[-]
t	čas	[s]
V	rychlost šíření světelné vlny v povlaku	[m/s]
λ	vlnová délka	[m]
φ	fázový posun	[rad]

Zkratky

Označení	Legenda
ADI	austempered ductile iron
ANSI	Americal National Standard Institute
ARA	anizotermický rozpad austenitu
BW	Bloech a Wedl
EBSD	difrakce zpětně odražených elektronů
FEPA	Federation of European Producers of Abrasives
LB	Lichtenegger a Bloech
LKG	litina s kuličkovým grafitem
LLG	litina s lupínkovým grafitem
PE	polyethylen
PVC	polyvinylchlorid
RTG	rentgen