

Technická univerzita v Liberci
Fakulta strojní
Katedra materiálů

**Možnosti využití barevného kontrastu
při identifikaci strukturálních složek
u hliníkových slitin**

Habilitační práce

UNIVERZITNÍ KNIHOVNA
TECHNICKÉ UNIVERZITY V LIBERCI



3146089462

KMT

Liberec, březen 2007

Štefan Michna

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Univerzitní knihovna
Voroněžská 152a, Liberec 1
PSČ 461 17

V 5459

925, 2487a, p. 1.
Sh. hab. 1. grafy

OBSAH	Strana
1. Úvod	5
2. Teoretická část	6
2.1 Základní charakteristika o světla a barvě	6
2.2 Základní principy získání barevného kontrastu a jeho možnosti využití u hliníkových slitin	8
2.3 Optické metody zvýraznění barevného kontrastu pomocí optického mikroskopu	
2.3.1 Polarizované světlo	11
2.3.2 Diferenciální interferenční kontrast	12
2.4. Barevné leptání u hliníkových slitin	12
2.5 Napařené interferenční vrstvy	16
2.6 Nanášení vrstev rozprašováním (sputtern)	17
3. Experimentální část	18
3.1 Úvod do experimentální části	18
3.2 Zkoumání faktorů ovlivňujících barevné leptání hliníkových slitin	19
3.3 Barevná metalografie a EDX analýza při zkoumání chemické nehomogenity litého materiálu	23
3.4. Využití barevné metalografie při hodnocení kvality homogenizace u hliníkových slitin	24
3.5 Identifikace lité struktury a vad u nemodifikovaného a modifikovaného siluminu pomocí barevného kontrastu	35
3.6 Barevná metalografie a EDX analýza při identifikaci cizorodých Fe částic u tvářených hliníkových slitin	44
3.7 Barevná metalografie a EDX analýza při identifikaci nerozpuštěných kovů a předslitin (Cr, Zr, Si)	50
3.8 Využití polarizovaného světla při hodnocení rekrystalizace, tvaru, velikosti zrna a při identifikaci intermetalických fází u hliníkových slitin	55

3.9	Použití barevného leptání u hliníkových slitin s možností kombinace osvětlení vzorků při pozorování na optickém mikroskopu	61
3.10	Struktura a mikrosegregace slitiny AlCu4PbMgMn v litém stavu	64
3.11	Nové poznatky o struktuře slitiny AlSi12CuMgNi (AA 4032)	68
3.12	Ekonomické zhodnocení metodiky a časová náročnost přípravy vzorků pro barevný kontrast	76
4.	Diskuse výsledků a závěry	78
5.	Literatura	82
6.	Seznam monografií a publikovaných prací	86
7.	Citace v publikacích, sbornících a časopisech	89
8.	Kopie vybraných částí z publikace a uveřejněných článků v plném znění	93

1. Úvod

Nejstarší a nejpoužívanější experimentální technika zkoumání kovů a jejich slitin je světelná metalografická mikroskopie. Její podstatou je pozorování a fotografické dokumentování různých stavů a projevů vnitřní stavby kovů a slitin, získaných odrazem světelných paprsků od speciálně připraveného povrchu rovinného metalografického výbrusu, který využívá na odlišení strukturálních součástí černobílý kontrast [1]. Z hlediska neželezných kovů můžeme u nás považovat za první dostupnou publikaci Malcev a kol. [60]. Světelná metalografická mikroskopie je základní metodou studia struktury materiálu. Založená je na pozorování odraženého světla od rovinných řezů vzorků kovových materiálů světelným optickým mikroskopem. Její význam a důležitost i v současnosti, při získávání informací o kovových materiálech v nejšířším slova smysle, je velký [24], [26, 27, 28, 29, 30, 31], [34], [37], [43], [46], [52, 53, 54, 55], [58, 59]. Tato metoda umožňuje pozorovat a hodnotit strukturální útvary v rovinném řezu řádově 10^3 a 10^6 nm [2]. S rozvojem barevné fotografie vznikly vhodné podmínky pro využití barevného kontrastu a jeho snímkování v optické metalografii a v období 70 – 80 let minulého století začínají první práce v oblasti získávání a využití barevného kontrastu struktur.

Informační a vypovídající schopnost struktur může výrazně rozšířit barevný kontrast, který je možné získat povrchovou úpravou metalografických vzorků (barevné leptání, napařování) a nebo úpravou povrchu vzorku (anodická oxidace) s následným využitím dostupného přídavného zařízení světelného optického mikroskopu (polarizované světlo, Nomarského hranol). Pod pojmem barevná metalografie bychom měli chápat soubor metodik světelné metalografické mikroskopie, které využívají barevný kontrast jako zdroj nových informací o struktuře v porovnání s klasickými postupy.

Barevný kontrast se ve světelné metalografické mikroskopii využívá zatím velice zřídka a to i vzhledem k tomu, že základní metody jeho vyvolání a využití jsou známy a souhrnně zpracovány v odborné literatuře [3, 4]. Zvláště v metalografii hliníkových slitin se všeobecně využívá minimálně nebo se nevyužívá vůbec a i známá odborná literatura [5, 6] se oblasti hliníkových slitin věnuje jenom okrajově. Dokonce ani v tak rozšířených monografiích jako jsou [23, 38, 50, 58] nejsou možnosti barevné metalografie neželezných kovů využité. V monografii staršího data vydání [20] je to samozřejmě pochopitelné. Přitom význam hliníkových slitin ve všech oblastech hospodářství roste (letectví, elektronika, automobilový průmysl) a očekává se nárůst světové výroby hliníku a jeho slitin v následujících dvaceti letech o 400 – 500 %.

V podmínkách metalografické laboratoře Alcan Děčín Extrusions s.r.o. se běžně využívá barevný kontrast získaný povrchovou úpravou vzorku (anodická oxidace) a s pozorováním v polarizovaném světle na optickém metalografickém mikroskopu. Tato metodika získání barevného kontrastu a následného vyhodnocování je podrobně v podmínkách naší laboratoře již rozpracována a využívá se při vyhodnocování rekrystalizace, velikosti a tvaru zrna, okrajové hrubozrnné vrstvy a k charakterizaci přednostní orientace zrna. V dalších oblastech se využívá barevného leptání při identifikaci některých druhů fází, nerozpuštěných částic legur nebo předslitin, cizorodých částic a hodnocení kvality homogenizace.

2. Teoretická část

2.1 Základní charakteristika o světle a barvě

Elektromagnetické záření zahrnuje širokou oblast vlnových délek od γ - záření po rozhlasové vlny (obr.1). V oblasti vlnových délek měřených ve vakuu od 100 nm do 1 mm označujeme elektromagnetické záření jako optické záření. Světlem nazýváme viditelnou část optického záření, vymezenou intervalem vlnových délek od 380 do 780 nm. Podstatnou charakteristikou světelného zdroje je spektrální rozložení λ jeho záření, tzn. složení jeho světla z jednotlivých monochromatických složek. Monochromatické záření vede k vjemu syté barvy (spektrální barva), která souvisí s jeho vlnovou délkou. Směs světél o různých vlnových délkách (světelný zdroj) vzbuzuje vjem, jehož barva souvisí se spektrálním složením směsí.

Prvotní význam pojmu barva patří do psychosenzorické oblasti. Je to vlastnost zrakového vjemu, která umožňuje pozorovateli zjistit odlišnost dvou plošek zrakového pole, které mají rozdílný charakter jako rozdíl vzniklý změnou spektrálního složení světla, dopadajícího do oka. Barva je tedy veličina psychofyzikální a je možné ji charakterizovat souborem tří měřitelných souřadnic a to barevného tónu (stupně), světlosti a sytosti. Pro popis barevnosti platí ČSN 01 1718, která je v podstatě kompatibilní s obdobnými zahraničními normami (např. DIN 6164) a definuje barevnost trichromatickými souřadnicemi. Trichromatická soustava je soustava pro popis barev, která je založena na možnosti vyjádřit libovolnou barvu jedinou číselnou hodnotou aditivní směsí tří vhodně zvolených měrných barevných světél a středového směrného světla soustavy. Mezinárodní komise pro osvětlování přijala za reálný základ své soustavy světla s vlnovými délkami 700, 456,1 a 435,8 nm a normální smluvní bílé světlo B [7].

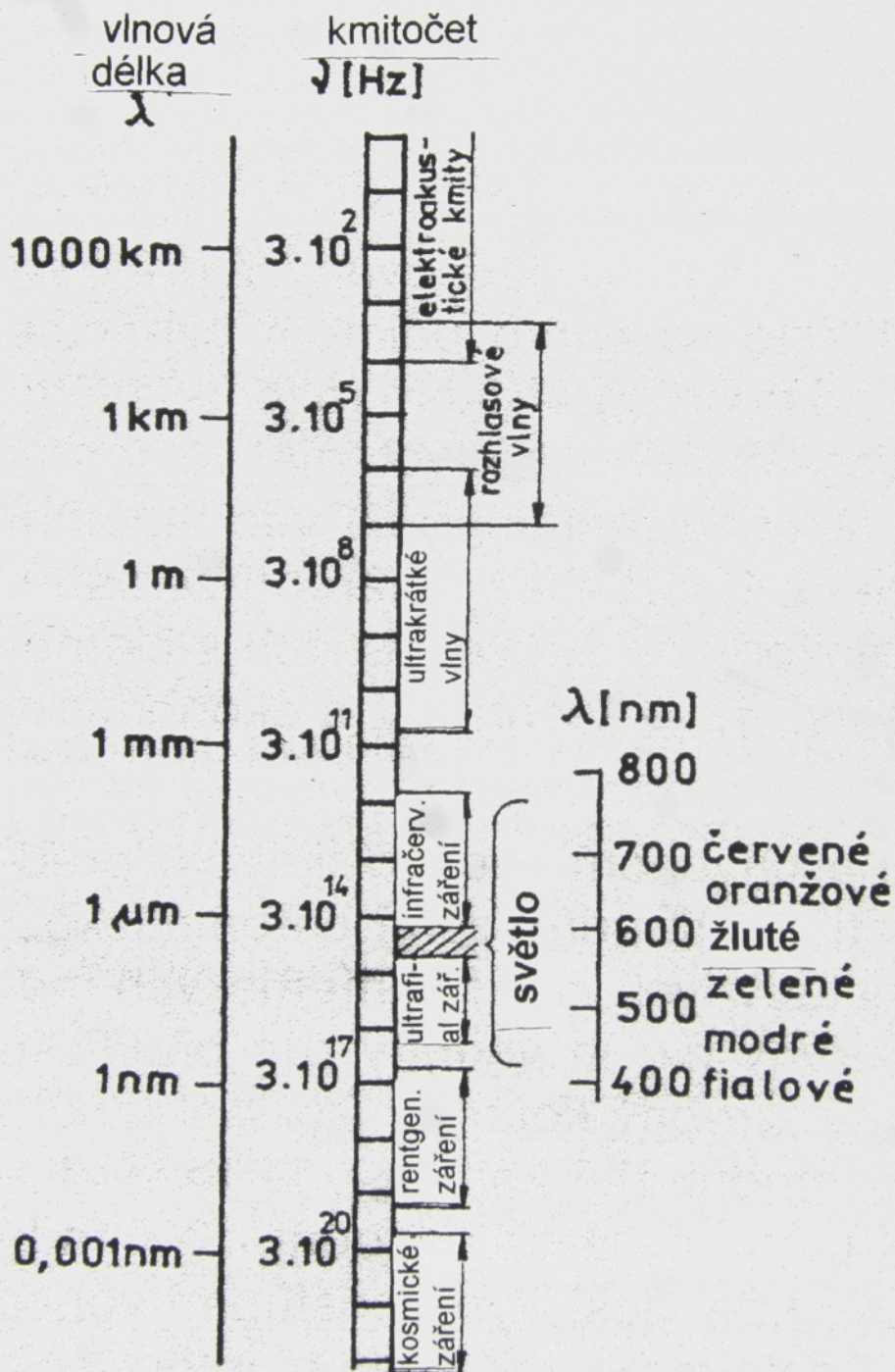
V případě metalografického vyhodnocování barevných hliníkových struktur jsme odkázáni na vizuální pozorování a na všeobecný popis barev. Pro porozumění postupů pro jednoznačné posouzení barev povlakovaných vzorků jakož i barevných snímků struktur je potřebné vysvětlit pojem barva. K jednoznačnému popisu barvy nebo vnímání (cítění) barvy jsou tři pojmy : barevný tón (odstín), jasnost (světlost) a sytost.

Barevný tón (odstín) se v běžné řeči označuje jako červený, zelený, modrý atd., „barvy“ černá, bílá, šedá se označují jako „nepestré“. Fyzikálně je barevný odstín světla popsán vlnovou délkou λ . Světlo jen jedné vlnové délky se označuje jako monochromatické.

Světlost (jasnost) je určena amplitudou světelné vlny. Při osvětlení v bílém světle se jeví předmět tím světlejší, čím větší je jeho transmise u průhledných, resp. reflexe u neprůhledných objektů. Barevný odstín je při osvětlení bílým světlem nezávislý na intenzitě osvětlení tj. světlosti. Mírou pro světlost se často používá stupeň tmavosti. Stupeň tmavosti 0 je největší okem vnímatelná světlost při příslušném barevném odstínu, stupeň tmavosti 10 odpovídá ideální černé.

Sytost je mírou pro takzvaný bílý podíl. Vyskytují – li se v oblasti viditelného světla, tj. mezi 400 a 700 nm všechny vlnové délky se stejnou okem vnímatelnou světlostí, pak je barevný dojem bílý, tj. nepestrý. Světlo o vlnové délce 500 nm se jeví jako zelené. Má největší možnou sytost. Když se k tomuto světlu přimíchá bílá, pak se stává stále méně sytou, bledne, až se stane nepestrou. Jeho sytost je pak nulová.

Popis metalografické struktury hliníkových slitin nebo jejich fotosnímků nevyžaduje číselný popis barevnosti, protože z drtivé většiny jde o výrazné barevné kontrasty, které je možné popsat bez problému slovním vyjádřením zrakového vjemu. Vystačíme proto při popisu metalografických struktur s vyjádřením barvy jednoduchým názvem příslušného barevného tónu (červená, zelená, modrá, žlutá....) a eventuálním doplněním světlosti (jasnosti) dané barvy (světlá, tmavá).



Obr.1 Schematické znázornění spektra elektromagnetického záření.

2.2 Základní principy získání barevného kontrastu a jeho možnosti využití u hliníkových slitin

Základní princip získání rozdílného zbarvení jednotlivých součástí struktury (fáze, cizorodé částice, dendritické buňky, zrno ...) na povrchu připraveného vzorku spočívá v barevném leptání, nebo získání interferenční vrstvy (napařováním, rozprašováním) a nebo ve využití jiných optických jevů, spojených s interferencí světla (polarizované světlo, diferenciální interferenční kontrast). V některých případech je barevný kontrast daný přirozenou chromatičností některých fází a tak je možné u hliníkových slitin odlišit jednotlivé součásti podle jejich charakteristického zbarvení např. fáze CuAl_2 světle hnědé až červené zbarvení, fáze PbBi šedé až černé zbarvení, atd.

Barevný kontrast pro rozlišení jednotlivých mikrolokalit ve struktuře je možné získat následujícími způsoby :

- Je daný přirozenou chromatičností některých fází.
- Vzniká v důsledku odlišných částic v polarizovaném světle.
- Vzniká interferencí fázově posunutých vln v důsledku odrazu od nerovnosti povrchu, v důsledku různé odrazivosti fází (nebo jiných mikrolokalit) a vícenásobné reflexe v transparentní povrchové vrstvě nebo proměnlivé tloušťky transparentního povrchového filmu.
- Kombinovanými způsoby a to: anodickou oxidací povrchu vzorku s následným pozorováním v polarizovaném světle.

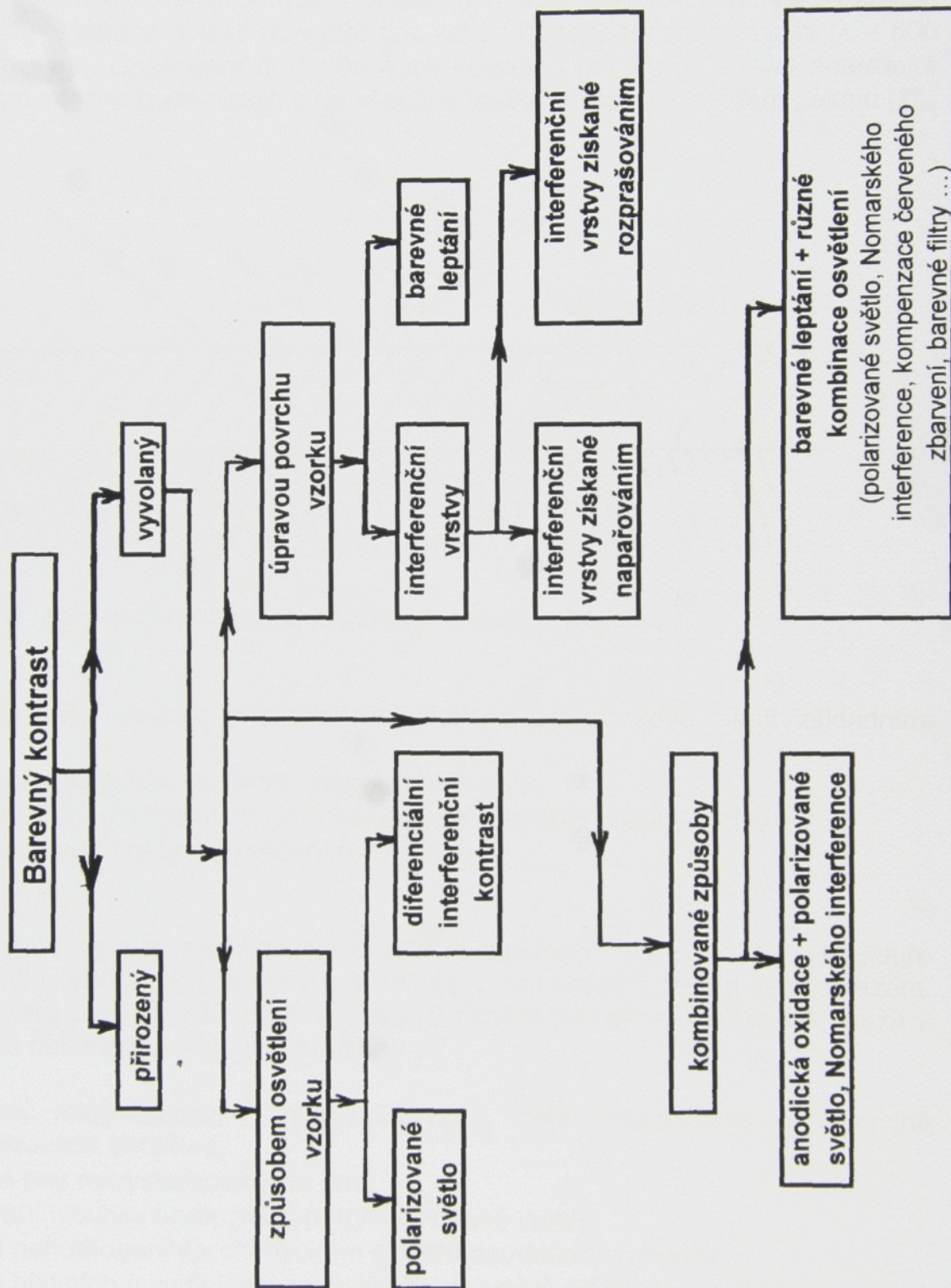
Podrobné schéma alternativ vzniku barevného kontrastu je uvedeno na obr. 2. U barevného kontrastu, získaného přirozenou chromatičností některých intermetalických fází u hliníkových slitin, byla věnována pozornost možnosti vylepšení barevného kontrastu kombinací leptáním na černobílý kontrast s dlouhodobým stárnutím vzorku. Dále se budeme věnovat pouze vyvolanému barevnému kontrastu u hliníkových slitin. Pro získání barevného kontrastu v metalografii hliníkových slitin existuje několik alternativ, které budou následně podrobněji popsány. V podmínkách naší metalografické laboratoře pro hodnocení hliníkových struktur se uplatnilo hlavně barevné leptání, anodická oxidace s pozorováním v polarizovaném světle a kombinované metody dle schématu na obr. 2.

Základním principem barevné metalografie je vhodným způsobem (barevným leptáním, napařením, rozprašením) na povrchu vzorku vytvořit vhodný povlak - film s rozličnou tloušťkou, nebo ve využití jiných optických jevů, spojených s interferencí světla. Na vzorcích pokrytých vhodným povlakem vzniká interference světla v důsledku rozdělení dopadajícího světla na složky odražené na rozhraní vzduch - vrstva a na rozhraní vrstva - kov (obr.3).

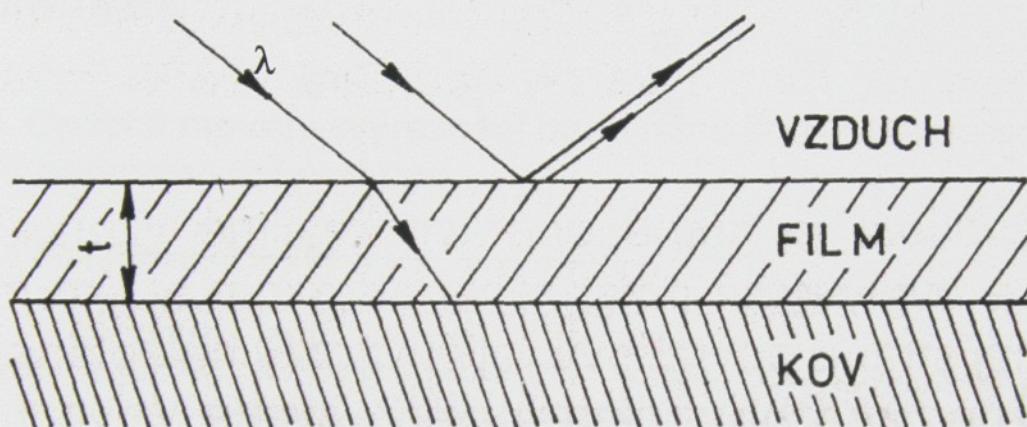
Interferenční jev je závislý na vlnové délce světelného zdroje ve vzduchu (λ), na tloušťce filmu (t) a na indexu lomu filmu (n). Interferenci je možné očekávat tehdy, když skutečná dráha odraženého světla z obou povrchů se liší o sudý násobek $\lambda/2$. Tento rozdíl drah je úměrný dvojnásobku tloušťky filmu. Když zanedbáme zpomalení světla ve filmu, bude vznikat interference v dané tloušťce filmu při sudých násobcích $\lambda/4$ s uvážením tohoto vlivu při $\lambda/4n$, kde n je index lomu filmu. Po osvětlení bílým

světlem se při splnění podmínky $l/4n$ pro některou složku spektra objeví v důsledku interference příslušná barva (zelená, modrá, hnědá...).

Obr.2 : Celkové schéma vzniku barevného kontrastu.



Tloušťka filmu v podstatě určuje, při kterých barvách nastává interference. Při velice tenkých filmech vzniká interference a při velice silných filmech v infračervené oblasti, přičemž v těchto případech není viditelné zbarvení. Při filmech s vhodnou tloušťkou vzniká interference v modré oblasti ($\lambda = 450$ nm, odraz žlutý), s rostoucí tloušťkou dále v zelené oblasti ($\lambda = 500$ nm, odraz hnědý) a v žluté oblasti ($\lambda = 600$ nm, odraz modrý). Opakování druhořadových sekvencí (při $3\lambda/4n$, $5\lambda/4n$) bude také stejné, jenom interval bude různý, a ne všechny barvy se objeví v každém pásmu [2].



Obr. 3 Schéma interference v systému vzduch – film – kov.

Interferenční povlaky můžeme nanášet na povrch kovu třemi základními způsoby :

- tepelnou oxidací povrchu (napouštěcí barvy),
- leptáním (na rozdíl od klasického leptání vznikají stabilní vrstvy),
- napařením nebo rozprášením ve vakuu.

Barevnou metalografií hliníkových slitin se získávají nové poznatky o struktuře nebo rozšiřují a upřesňují poznatky o struktuře v porovnání s černobílým obrazem. Přednosti, které poskytuje barevný kontrast u hliníkových slitin, lze hlavně využít v následujících oblastech hodnocení struktury :

- hodnocení rekrytalizace - rekrytalizovaná, nerekrystalizovaná a částečně rekrytalizovaná struktura,
- velikost a tvar rekrytalizovaného zrna,
- posuzování hloubky hrubozrné rekrytalizované vrstvy,
- odhalení nehomogenity v chemickém složení dendritických buněk,
- odhalení hlavních a vedlejších krystalizačních směrů při lití u globulitického zrna a u sloupcovitých, peříčkovitých nebo eliptických zrn,
- barevná identifikace jednotlivých druhů fází u hliníkových slitin,
- identifikace nerozpustných částic kovů nebo předslitin (Si, Cr, Zr ...),

- identifikace cizorodých částic na bázi Fe vniklých do materiálu při tváření materiálu,
- odhalení tepelně ovlivnitelných zón při vnikání cizorodých částic do materiálu,
- barevné rozlišení jednotlivých typů vměstků u hliníkových slitin,
- posuzování strukturálních nehomogenit u litého a tvářeného materiálu,
- zkoumání rozdílné lité struktury v oblasti výskytu velkých oxidických blan,
- posuzování struktury modifikovaného a nemodifikovaného siluminu.

Ve všech výše uvedených případech lze dosáhnout velice výrazný a kvalitní barevný kontrast a plně využít přednosti, které poskytuje barevná metalografie u hliníkových slitin [8]. Jednotlivé oblasti využití barevného kontrastu u hliníkových struktur budou podrobněji popsány s ukázkami jednotlivých struktur v experimentální části této práce.

2.3 Optické metody zvýraznění barevného kontrastu pomocí optického mikroskopu

2.3.1 Polarizované světlo

Polarizované světlo se nejčastěji získá ze světelného zdroje odrazem, dvojlomem, absorbcí vhodným prostředím, umožní identifikovat opticky anizotropní od izotropních prostředí. Většina optických mikroskopů je vybavená dvěma Nicolovými hranoly (nicoly), z kterých jeden slouží jako polarizátor a jeden jako analyzátor a jejich vzájemnou polohu je možné natáčet. Odliší se tak optický izotropní a opticky anizotropní látky, které jsou dvojlomné. Izotropní prostředí otáčení hranolu neovlivňuje a zorné pole zůstane tmavé. Když je strukturální složka dvojlomná a vhodně orientovaná, pak se při natočení vzorky rozsvítí v zorném poli [9].

V některých případech se polarizované světlo používá i při vzorcích naleptaných tzv. s povrchovým reliéfem, který se v polarizovaném světle zvýrazní nebo se odliší barevně jednotlivé strukturální složky (např. intermetalické fáze). U tvářených hliníkových slitin je možné využívat polarizované světlo pro hodnocení rekystalizace, velikosti zrna a okrajových hrubozrnných struktur. Vzorky se před pozorováním v polarizovaném světle podrobí anodické oxidaci. Takto připravené vzorky dávají výrazné barevné rozlišení jednotlivých skupin zrn nebo vláken deformovaných zrn, kde stejné zbarvení jednotlivých skupin zrn odpovídá stejné orientaci zrna.

Nové kvalitní optické metalografické mikroskopy jsou vybavené zásuvným kompenzátorem červeného zbarvení prvního řádu. Zásuvný kompenzátor červeného zbarvení prvního řádu je připojen k zásuvnému polarizátoru a používá se pro citlivou polarizaci a mikroskopování diferenciálního interferenčního kontrastu [11]. Jeho praktické využití je například, když při pozorování v polarizovaném světle jsou vyskytující se zrna převážně ve dvou blízkých barevných odstínech (např.červeno – fialové zbarvení) a tak je ztížená rozlišovací schopnost hranic zrn stejného zbarvení. Po vysunutí kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu dostáváme např. hnědo – modro – bílé zbarvení s velice ostrým rozlišením hranic zrn.

2.3.2 Diferenciální interferenční kontrast

Fázový kontrast vzniká transformací amplitud, případně intenzity světelných vln odražených od strukturálních útvarů. Metoda je výhodná při zviditelnění nepatrných stupňů a nerovností. Pro kvalitativní a kvantitativní hodnocení povrchového reliéfu jsou ještě výhodnější interferenční mikroskopické metody, založené na štěpení světelného paprsku do dvou nebo více paprsků, které po přeběhnutí rozdílných optických drah se znovu spojí a vzájemně interferují. Při interferenci vzniká také i barevný kontrast [10].

Do této skupiny metod zvyšování kontrastu optickou cestou patří Nomarského metoda diferenciálního interferenčního kontrastu, založená na interferenci paprsků, které vytvářejí dva mírně posunuté obrazy povrchu. Každý bod objektu zobrazují dva paprsky. Podle velikosti tohoto zdvojení obrazu rozlišujeme diferenciální interferenční kontrast (zdvojení je menší než rozlišovací schopnost) a polarizační interferenční mikroskopii (zdvojení je větší než rozlišovací schopnost, a proto je rozlišitelné).

Diferenciální interferenční kontrast zvyšuje relativně výškové nerovnosti povrchu. Je proto výhodné ho využít pro zvýraznění samostatných velkých částic ve struktuře (např. částic nerozpuštěného primárního Si), tvrdých vměstků ve struktuře hliníkových slitin (např. boridových nebo železitých vměstků) a nebo zvýraznění hranic zrn. Výhodné je ho využít při fotosnímkování těchto struktur, kde umožňuje určitou plasticitu výsledného obrazu a umožní zhotovení ostrého fotosnímku i při určité nerovnosti povrchu snímkané struktury.

2.4 Barevné leptání u hliníkových slitin

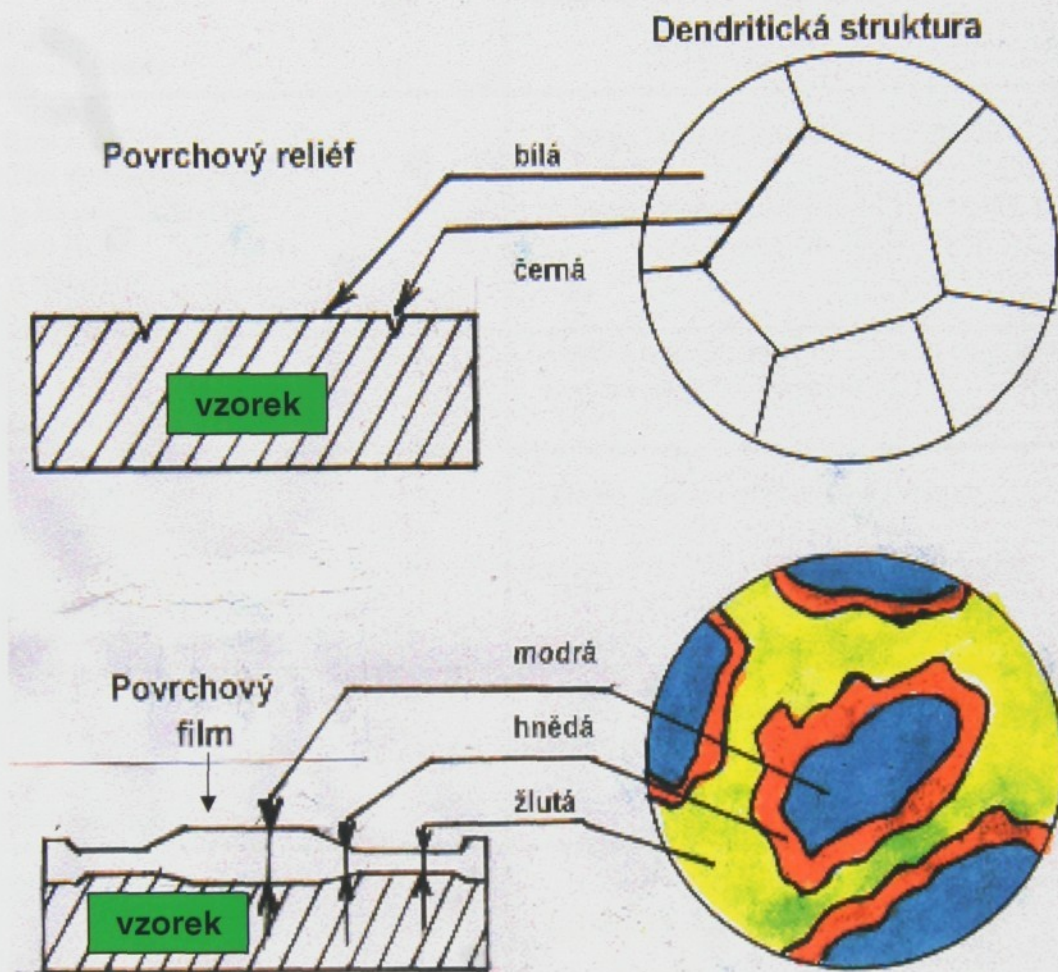
Reakcí povrchu metalografického výbrusu a barevného leptadla vzniká transparentní film, který má funkci interferenčního povlaku. Tloušťka tohoto povlaku závisí hlavně na chemickém složení materiálu výbrusu a na podmínkách leptání. K nejdůležitějším podmínkám leptání patří doba leptání, druh použitého leptadla, teplota leptání a stav připraveného metalografického výbrusu (čerstvě připraven, předleptán, elektrolyticky leptán atd.). Pokud se výrazně mění chemické složení jednotlivých mikrolokalit, bude se měnit také tloušťka vzniklého povlaku a v důsledku toho i barva jednotlivých mikrolokalit již při osvětlení v světlém poli. Tato podstata barevného leptání a rozdíl mezi klasickým černo – bílým a barevným leptáním na příkladě dendritické nehomogenity je znázorněná na obr. 4.

Chemicky nebo elektrochemicky nanesené transparentní filmy se mohou podle tloušťky rozdělit na [12] :

- velmi tenké (0 až 40 nm)
- tenké (40 až 500 nm)
- silné (500 nm a více)

Příkladem velmi tenkých filmů jsou pasivační filmy na povrchu hliníku, antikoročních ocelí atd. Tyto filmy jsou transparentní a nebarevné. Tenké filmy se získávají leptáním a jsou tvořeny oxidy, sulfidy, komplexními molybdeny, elementárním selenem nebo chromany. Rozdílné barvy se získávají interferencí světla a jsou funkcí tloušťky filmu na jednotlivých mikrolokalitách (fáze, dendritické buňky atd.) struktury.

U silných filmů (tepelná oxidace, anodické oxidické filmy) nevzniká rozdílná barevnost, protože rozdíl drah světla odraženého od filmu a od kovu je příliš velký (kontrast interferenčního jevu klesá s dráhovým rozdílem).



Obr. 4 Podstata černo – bílého a barevného leptání.

Chemické složení je voleno tak, aby bylo možno vytvořit transparentní filmy s měnící se hloubkou (tloušťkou) nejčastěji v rozmezí 100 – 150 nm. Pro hliníkové slitiny existuje celá řada leptadel s jejich možností použití při metalografické analýze tak, jak je to popsáno v kapitole 3.2. Některá barevná leptadla pro hliníkové slitiny mají ohraničenou časovou životnost a nebo mají specifické použití (např. pro identifikaci cizorodých Fe částic), které je vysloveně neřadí mezi leptadla pro danou skupinu slitin. Pro hliníkové slitiny bylo vyzkoušeno několik druhů leptadel, která dávají dobrý barevný kontrast. Celkový přehled chemického složení a použití leptadel pro hliníkové slitiny podává tabulka č.1.

Složení leptadla	Příprava a použití leptadla.
8 g KMnO_4 2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2-3 hodin od přípravy. Leptání po dobu 20 sekund až 1,5 minuty.
6 g $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 5 ml HCl 4 g NH_4FHF 200 ml destilované vody	Použití roztoku do 24 hodin. Doba leptání 0,5-1 minuta.
1. etapa : 10 ml H_3PO_4 90 ml destilované vody 2. etapa : 6 g $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10 ml HCl 4 g NH_4FHF 200 ml destilované vody	1. etapa : leptání po dobu 5-15 minut 2. etapa : leptání po dobu 1 -1,5 minuty teplota roztoku 20-24 °C
10 g KMnO_4 1-2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy. Leptání po dobu 1-2 minuty.
1. etapa : 10 ml H_3PO_4 90 ml destilované vody 2. etapa : 8 g KMnO_4 2 g NaOH 200 ml destilované vody	1. etapa : leptání po dobu 5-15 minut 2. etapa : Použití roztoku max. do 2 hodin . Leptání po dobu 1-2 minuty.
8 g KMnO_4 2 g NaOH 2 g KOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy. Leptání po dobu 1-2 minuty.
24g NH_4FHF 10 ml HCl 1000 ml destilované vody 1 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$	Leptání po dobu 0,5-1 minuty.

Tabulka č. 1 Přehled leptadel pro hliníkové slitiny

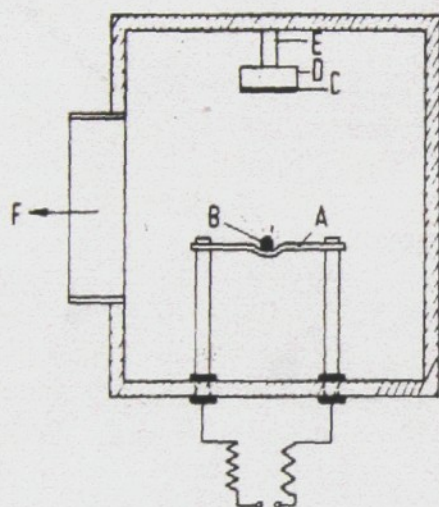
K důležitějším podmínkám barevného leptání patří také stav připraveného metalografického výbrusu a další zásady, které je potřeba ve všeobecnosti dodržet prakticky u všech leptadel tak, aby výsledkem byl kvalitní film na celé ploše výbrusu. K nejdůležitějším zásadám, které je při barevném leptání nutné dodržet, patří :

- Vzorky musí být kvalitně připravené (bez rýh a poškrábání, bez zbytků leštících emulzí atd.).
- V některých případech (při leptání dendritické struktury) je vhodnější použít místo mechanického leštění elektrolytické leštění.

- Je potřeba provést správný výběr leptadla s ohledem na to, jaké strukturální složky mají být identifikovány (dendritické buňky, intermetalické fáze, celková struktura, např. siluminu, cizorodé částice Fe atd.).
- Správně připravit vybrané leptadlo (množství a postup přidání jednotlivých složek leptadla, teplota přípravy atd.)
- Vzorky barevně leptat hned po leštění a opláchnutí, nebo minimalizovat dobu mezi leštěním a leptáním. V tomto případě ponoříme vyleštěný vzorek do destilované vody.
- Když chceme barevně leptaný vzorek znovu barevně leptat, je nutné původní vzorek znovu podrobit mechanickému broušení a leštění. V některých případech stačí pouze znovu přešetření vzorku a to v případech, když se bude vzorek leptat stejným leptadlem.
- Když vzorek po leštění a opláchnutí vykazuje povlak od lešticí emulze, je nutné jej ponořit do ultrazvukové vany s čisticím roztokem a podrobit působení ultrazvuku po dobu 2 – 3 minut a vzorek znovu opláchnout.
- Pro barevné leptání hliníkových slitin použít čerstvé leptadlo.
- Při leptání je nutné vzorky vkládat do roztoku mokré, pokryté souvislou vrstvou destilované vody.
- Když leptáme ve dvou fázích, tak obě fáze leptání následují ihned za sebou. Vzorek po první fázi leptání je nutné opláchnout vodou.
- Vzorek je potřeba ponořit do leptadla leptanou plochou nahoru, vzorkem v leptadle stále pomalu pohybovat a sledovat zbarvování povrchu tak, aby nedošlo k přešetření (převážně modravé zbarvení povrchu odpovídá optimálnímu leptání).
- Leptání provádět v jednom souvislém časovém úseku a dodržovat dobu leptání. Hotové vzorky, které jsou málo naleptané, znovu nedoleptávat (vytvoří se stabilní vrstva, která při doleptání s leptadlem nereaguje).
- Vzorek po barevném naleptání ihned opláchnout vodou, alkoholem a osušit vzduchem. Vzniklá transparentní vrstva je časově dlouhodobě stabilní a nepodléhá vnějším vlivům při správném uskladnění.

2.5 Napařené interferenční vrstvy

Napařování interferenčních vrstev se děje ve vakuu při cca 10^{-5} mbar. Princip takového zařízení je znázorněn na obr. 5. Vypařovací zdroj se skládá z jednoho nebo více držáků pro lodičky nebo z jednoduchých plechů z kovů o vysokém bodu tání, jako například wolfram nebo molybden, které se odporovým způsobem ohřívají. Do prohlubně vypařovacího plechu nebo lodičky se vloží materiál vrstvy (materiál vhodný pro vypařování). Má-li být vzorek napařen pokud možno co nejrovnoměrněji, upevní se kolmo k materiálu vrstvy. Konec napařování může být stanoven podle trvání nebo podle indikace systému pro měření tloušťky vrstvy. Při dostatečně velkých vzdálenostech mezi vypařovacím zdrojem a vzorkem se dosáhnou vrstvy stejné tloušťky i u velkých vzorků.



- A = plech W, Mo, Ta
- B = materiál vrstvy
- C = napařená vrstva
- D = vzorek
- E = držák vzorku
- F = čerpadlo

Obr. 5 Schéma zařízení pro napařování vzorků.

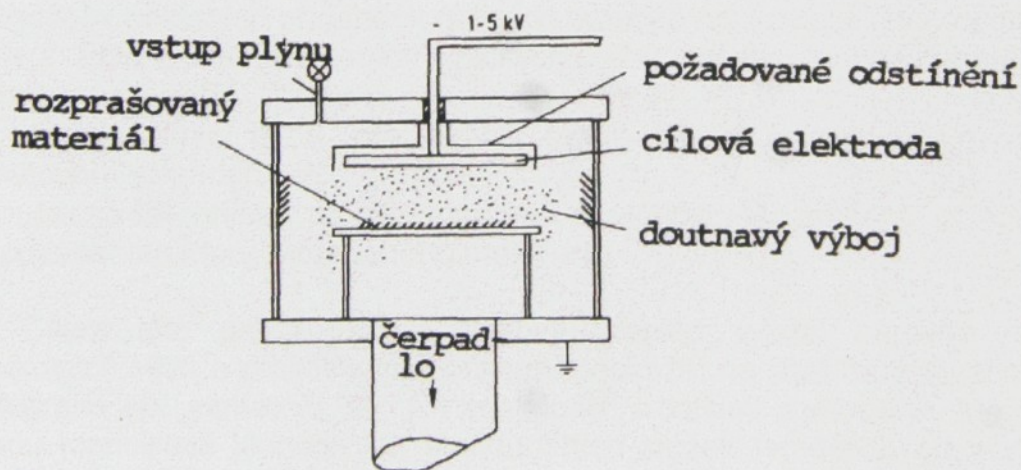
Přístroje nabízené více výrobci zahrnují vakuovou komoru, systém čerpadel, jakož i napájení proudem a regulační jednotky. Vakuová nádoba je u malých zařízení skleněný válec o obsahu cca 10 l. U větších zařízení se skládá vakuová nádoba ze skleněného nebo kovového zvonu o obsahu 100 i více litrů. Vakuová nádoba má více otvorů, do kterých se mohou vložit příruby s držáky vzorků, zdrojem vypařování a zařízením na měření tloušťky vrstvy. Jednotky pro napájení proudem jsou regulovatelné a umožňují řízení rychlosti napařování. Ve velkých zařízeních může být současně napařováno více vzorků.

Vypařovací zařízení se musí vždy udržovat v čistotě. Na vrstvách, které se při napařování vytvářejí na částech přístroje, se při otevření přístroje snadno usazuje vlhkost, kterou lze při evakuaci jen obtížně odstranit a která může vést ke snížení vakua nebo dokonce k reakci s napařovacími materiály. Pokud se zařízení nepoužívá, má být vždy udržováno pod vakuem. Vzorky musí být suché a nesmějí se na nich vyskytovat zbytky plastelíny a olejů, které mohou pocházet z předchozího mikroskopického pozorování. Jinak jsou potom evakuační časy zbytečně dlouhé nebo na vzorku vznikají skvrny.

Volba povlakových materiálů se řídí podle optických vlastností materiálů určených k povlakování. Cílem je splnit fázové i amplitudní podmínky fáze a tím snížit její reflektivní schopnost na nulu. Pro kontrastování hliníkových slitin pomocí interferenčních vrstev přichází v úvahu kvůli velmi vysoké reflektivní schopnosti až do 90%, silně lámající, neabsorbující nebo absorbující povlakové materiály. Pro vysoko neflexibilní zkoumané látky, mezi které patří i hliníkové slitiny, je možné použít k napařování ZnS, ZnSe, ZnTe, TiO₂, Na₃AlF₆ (kryolit), MgF₂, CeF₃ (fluorid ceritý) a PbF₂ (fluorid olovnatý). Jak napařováním, tak i reaktivním rozprašením se získá široké spektrum možností kontrastování. Mnohé intermetalické fáze, směsky nebo nerozpustné legující kovy mohou být přímo identifikovány podle své charakteristické interferenční barvy. Stejně tak lze vhodnými vysoce lomovými vrstvami zviditelnit mikrosegregace v hliníkové matici.

2.6 Nanášení vrstev rozprašováním (sputtern)

Mimo napařování se mohou připravit kontrastní interferenční vrstvy operací „sputtern“. Pod pojmem „sputtern“ se rozumí rozprašování materiálu ostřelováním povrchu (terčiku) částicemi o vysoké energii. Pozitivně nabitě plynové ionty vyrobené v plynové výbojce, které jsou pomocí napětí mezi anodou (vzorek) a katodou (terčik) urychlené, ostřelují katodu a uvolňují z ní atomy, které vystupují z povrchu do všech směrů, rozpráší se a mimo jiné se dostanou na povrch vzorku. Tam se vytváří potřebná vrstva. Sestavu rozprašovacího zařízení ukazuje schematicky obr. 6. Vzorek, na který má být nanесena interferenční vrstva, je zapojen jako anoda. Terčik je katoda, mezi nimi je stejnosměrné napětí od 1 do 5 kV. Vakuum je zapotřebí řádově 0,1 mbar.



Obr. 6 Schéma rozprašovacího zařízení.

3. Experimentální část

3.1. Úvod do experimentální části

Informacím o strukturních parametrech získaných klasickou černě – bílou optickou metalografií u důležitých hliníkových slitin a to z hlediska hodnocení jejich kvality, analýzy technologie výroby a nebo z hlediska vývoje nových slitin a materiálů bylo věnováno značné množství práci [25], [32, 33], [35, 36], [39, 40, 41, 42, 45, 47, 48, 49]. Se vznikem a rozvojem barevného snímkování byly dány základy využití a zhotovení barevných mikrostruktur v metalografické praxi, což je neoddělitelnou součástí metalografické praxe. Modernizace optických přístrojů umožnila jak lepší barevný kontrast (polarizované světlo, Nomarského kontrast, barevné filtry, atd.), tak i převratné a rychlé zhotovování barevných snímků mimo klasického fotografování na kinofilm. Sem patří zhotovování barevných snímků pomocí videoprintu (přes barevnou kameru a monitor), kde zhotovení jednoho snímku trvá cca 1 minutu nebo pomocí digitální kamery, kde se snímáný obraz přenáší do počítače a může se rovnou vkládat k danému textu nebo zprávě. To všechno umožňuje kvalitní a rychlé zhotovování barevných struktur bez zřízení nebo dodatečného dovybavení fotokomory.

Samozřejmostí je, že vyvolání a snímkování barevných mikrostruktur si vyžaduje určité zvýšené náklady oproti černo - bílému kontrastu. Jedná se o náklady na chemikálie, zařízení pro anodickou oxidaci, zařízení pro snímkování a náklady na fotomateriál. Taky časová náročnost přípravy je větší než u klasického černo – bílého leptání. Proto barevná metalografie v porovnání s černo – bílým kontrastem musí mít a má následující přednosti :

- Barevný kontrast umožní získat nové poznatky o struktuře.
- Rozšiřuje popis struktury v porovnání s černo – bílým kontrastem.
- Umožní v některých případech nahradit náročné opakované analýzy struktury (např. EDX analýzy některých typických druhů vměstků, nebo intermetalických fází).
- Barevné snímky jsou dekorativní (např. využití v reklamních materiálech, zhotovení kalendářů atd.)
- Současná technická a ekonomická náročnost je úměrná přínosu metody k poznání struktury zkoumaného materiálu.

Cílem této práce je dát celkový přehled využití barevné metalografie u hliníkových slitin a praktickými ukázkami poukázat na rozšířené možnosti barevné metalografie jak samotné, tak i v kombinaci s dalšími metodami, které umožňují přesnou identifikaci jednotlivých strukturálních složek (vměstků, cizorodých částic, intermetalických fází, nehomogenitu dendritických buněk atd). Snahou bude ukázat možnosti využití barevného kontrastu jak u litých hliníkových slitin různého chemického složení, tak i u slitin tvářených v různém stavu technologického zpracování (po lisování, po rekrytalizačním žíhání atd.) a také některé ukázky barevné metalografie u hliníkových předslitin.

Předložená práce se věnuje získání barevného kontrastu hlavně barevným leptáním za použití vhodných leptadel a anodické oxidace povrchu vzorku s následným pozorováním v polarizovaném světle. Část této práce je věnovaná také barevnému leptání a možnosti kombinace osvětlení vzorku při pozorování

na optickém mikroskopu a také využití dalších přídavných součástí mikroskopu při pozorování (Nomarského kontrast, kompenzátor červeného zbarvení prvního řádu, barevné filtry, atd.). Součástí této práce bude poukázat na různé možnosti barevného snímkování struktur z různých pohledů (cena, rychlost pořízení snímku, kvalita), celkovou časovou náročnost přípravy vzorků a ekonomické zhodnocení náročnosti dané metodiky.

3.2. Zkoumání faktorů ovlivňujících barevné leptání hliníkových slitin

Při barevném leptání je několik faktorů, které ovlivňují konečnou kvalitu získaného povlaku a následně barevného kontrastu při pozorování daného leptaného povrchu. Při leptání dochází k vzájemné reakci povrchu vzorku a leptadla za vzniku transparentního filmu. V závislosti na druhu použitého leptadla vznikající film je různého chemického složení, kde například může vznikat sulfidový film, složité oxidické a chromatové vrstvy nebo se na mikrolokality redukuje kovové prvky např. Se, Mo [13].

Mezi faktory, které hlavně ovlivňují tloušťku a kvalitu získaného povlaku patří :

- Druh a kvalita použitého leptadla.
- Kvalita připraveného výbrusu pro leptání.
- Chemické složení leptaného materiálu.
- Podmínky leptání.

Když budeme leptat stejným leptadlem, za předpokladu kvalitní přípravy leptadla (čerstvý, dobře rozpustné jednotlivé složky atd.) a připravený výbrus splňuje kvalitativní podmínky (čerstvě připraven, bez poškrabání, zbytku leštících emulzí atd.), v tomto případě kvalita získaného povlaku bude záviset hlavně na chemickém složení leptaného materiálu a na podmínkách leptání.

Vliv podmínek leptání na kvalitu získaného barevného kontrastu.

Pro získání kvalitního barevného kontrastu je u chemického složení rozhodující to, aby materiál splňoval určitou strukturální nehomogenitu a tím i chemickou nehomogenitu jednotlivých mikrolokality. Obecně platí, že litá struktura před homogenizačním žíháním s více než jedním legujícím prvkem, je dostatečně strukturálně a chemicky nehomogenní (výskyt dendritických buněk, licích hrubých segregátů na hranicích dendritických buněk, mikroporozita, atd.), co umožní velice dobrý barevný kontrast.

K takovým slitinám patří i slitina typu AlCu4MgMn, která byla vybrána k následujícím pokusům s barevným leptáním. Vybraná slitina typu AlCu4MgMn má následující chemické složení :

Si – 0,14 %, Fe – 0,25 %, **Cu – 4,34 %**, **Mn – 0,80 %**, **Mg – 1,51 %**, Cr – 0,005 %, Zn – 0,04 %, Ti – 0,009 %, Ni- 0 %, Pb – 0,027 %, Bi – 0,001 %, Zr – 0,001 %.

U této slitiny bylo provedeno barevné leptání s ohledem zjistit optimální čas leptání, kdy získaný barevný kontrast je nejkvalitnější. Leptání se provádělo za dodržení následujících stejných podmínek :

- teplota leptání 25 °C až 27 °C,
- čerstvý roztok (leptání do 1 hodiny),
- leptání leptanou plochou vzorku nahoru,
- pohybování vzorkem v roztoku.

Vzorky z výše uvedené slitiny byly podrobeny barevnému leptání po dobu 10, 20, 30 a 45 sekund v roztoku s chemickým složením : 8 g KMnO_4
2 g NaOH
200 ml destilované vody

Jednotlivé výsledky barevného leptání jsou zachycené na obr. 7. Jak již v kapitole 3.4 této práce je popsáno, že optimální leptání odpovídá přibližně modravému zbarvení vzorku, výsledné barvy pozorované na optickém mikroskopu jsou pak zbarveny sytě a odpovídají většinou žluto - modro - červeno - zelenému zbarvení v závislosti od různého chemického složení jednotlivých strukturních mikrolokalit. Z výsledků leptání dané slitiny a také jak je to patrné z obr.7, je doba leptání 10 sekund velice krátká, výsledný kontrast je bílo – žlutý, bez barevného zvýraznění dendritické nehomogenity leptaného materiálu. Nejvýraznější a nejkvalitnější barevný kontrast byl získán po 20 sekundovém leptání s velice výrazným barevným rozlišením dendritické nehomogenity jednotlivých dendritických buněk a barevně odlišeným mezidendritickým prostorem. S narůstající délkou leptání (nad 45 sekund) je patrné, že dochází k získání barevného kontrastu zhoršené kvality (viz. obr.7).

Ze získaných výsledků lze tedy konstatovat u daného typu slitiny a také u jiných obdobných typů hliníkových slitin (např. Al-Cu, Al – Cu – Mg, Al – Cu – Mg – Pb atd), že optimální doba leptání se pohybuje v rozmezí 20 – 30 sekund za splnění konstantních výše uvedených podmínek leptání.

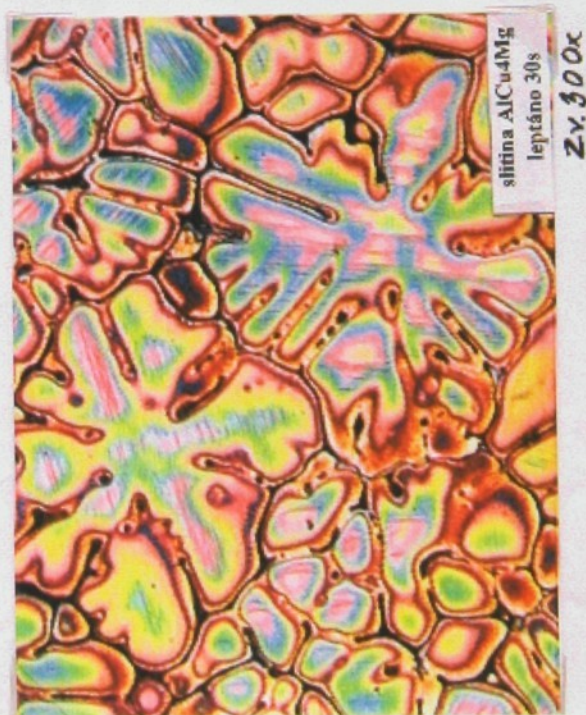
Vliv chemického složení materiálu na kvalitu získaného barevného kontrastu.

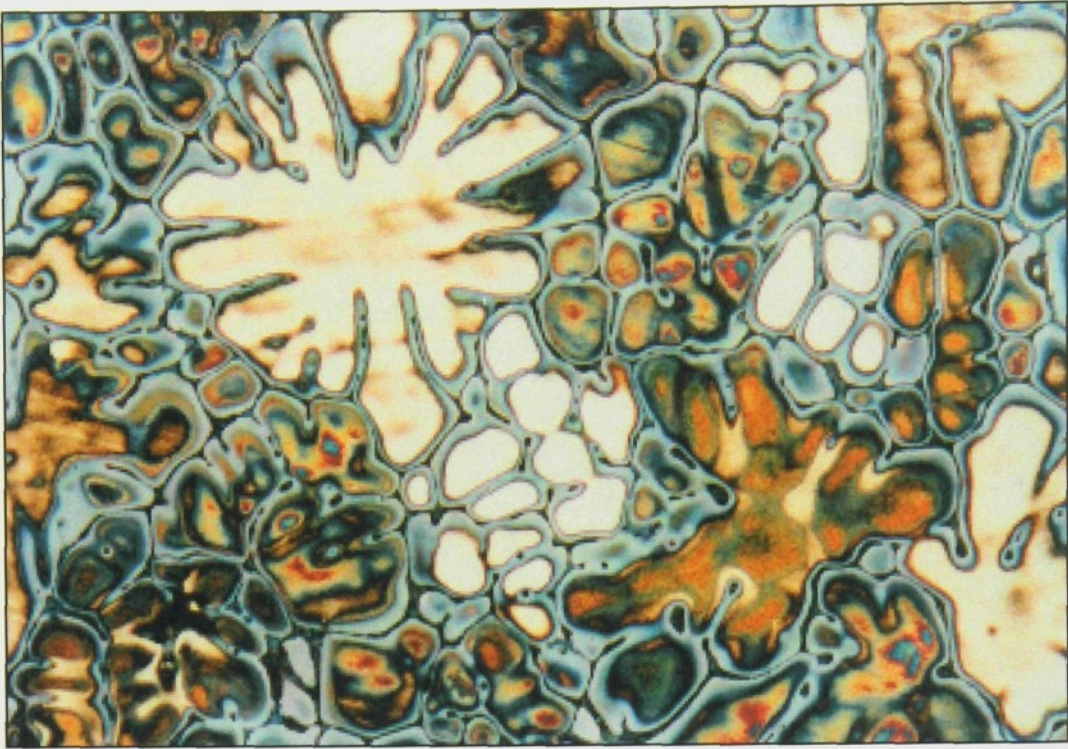
Teoreticky u barevného leptání platí, že větší strukturální a tím i chemická nehomogenita materiálu odpovídá kvalitnějšímu a rozmanitějšímu barevnému kontrastu. S klesající nehomogenitou materiálu a nebo směrem k málo legovaným materiálům bude klesat i efekt barevného leptání a barevný kontrast se bude snižovat. Z toho vyplývá, že u čistých materiálů, například hliníku čistoty 99,7 % nebo 99,9 % by měl být efekt barevného leptání prakticky nulový. Pro praktické odzkoušení tohoto tvrzení se provedlo barevné leptání po dobu 30 sekund roztokem o složení 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml destilované vody u následujících slitin :

- slitina AlCu_4MgMn – obsah legujících prvků cca 6 %,
- slitina $\text{AlMgSi}_{0,5}$ – obsah legujících prvků cca 1 %,
- hliník čistoty 99,8 % - obsah nečistot do 0,2 % (hlavně Si, Fe).

Struktura slitiny AlCu_4MgMn v litém stavu po barevném leptání je na obr. 8, kde je patrná velice kvalitně barevně vykreslená nehomogenita jednotlivých dendritických buněk a mezidendritického prostoru. Úspěch kvalitního barevného kontrastu je dosažen mimo jiné i vysokou nehomogenitou materiálu, který je způsoben jednak tím, že se jedná o slitinu s třemi legujícími prvky (Cu, Mg, Mn) a také tím, že se jedná o litý nehomogenizovaný materiál (nehomogenita uvnitř dendritických buněk). U slitiny $\text{AlMgSi}_{0,5}$ je možné barevným leptáním získat celkový pohled na dendritické síťování, ale celkový efekt leptání je nízký s výsledným bílo – žlutým zbarvením (obr.9). U hliníku čistoty 99,8 % je efekt barevného leptání prakticky zanedbatelný (obr.10), což souvisí s vysokou čistotou materiálu a tím s nízkou chemickou nehomogenitou materiálu. Z obr. 8, 9, 10 lze tedy jednoznačně konstatovat, že nejlepších výsledků barevného leptání lze dosáhnout u slitiny s největším objemem legujících prvků a tím i s největší strukturální a chemickou nehomogenitou.

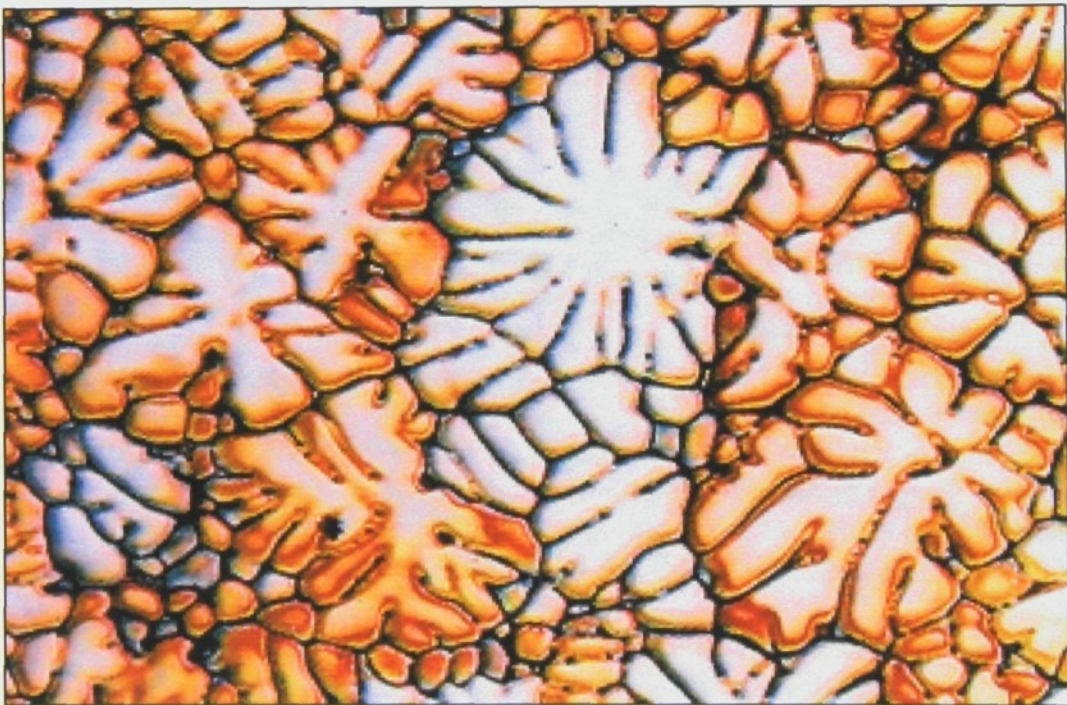
Obr.7 Barevné leptání slitiny AlCu4MgMn po dobu 10, 20, 30 a 45 sekund.





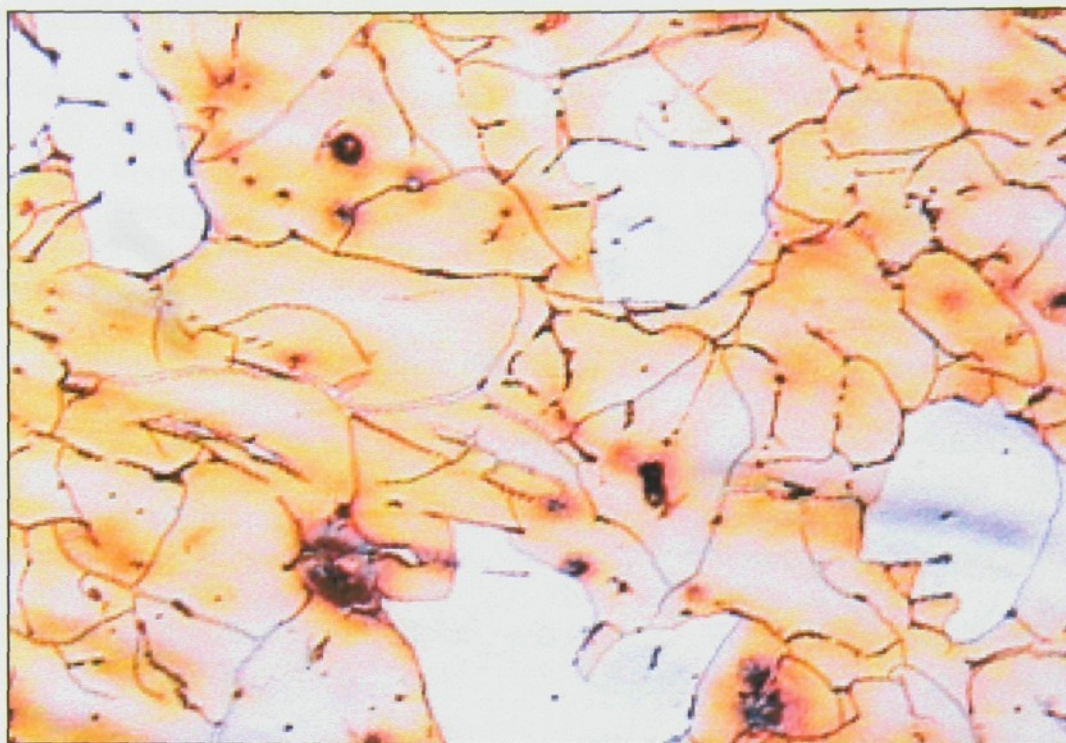
Obr.8 Litá struktura slitiny AlCu4MgMn.

Zv. 300x



Obr.9 Litá struktura slitiny AlMgSi0,5.

Zv. 150x



Obr.10 Litá struktura hliníku Al99,8 %

Zv. 75x

3.3. Barevná metalografie a EDX analýza při zkoumání chemické nehomogenity litého materiálu.

Jak již bylo popsáno v kapitole 4.2, závisí kvalitní barevný kontrast litého nehomogenizovaného materiálu také na objemu legujících prvků. S rostoucím objemem legujících prvků vzrůstá strukturální a také chemická nehomogenita materiálu a dostáváme kvalitnější barevný kontrast. S klesajícím objemem legujících prvků nebo nečistot klesá kvalita barevného kontrastu. Proto pro zkoumání chemické nehomogenity litého stavu, kde chceme zkoumat chemickou nehomogenitu jednotlivých dendritických buněk v závislosti na jednotlivých legujících prvcích, vyhovuje materiál legován více prvky. K takovým materiálům patří i slitina typu AlCu4MgMn, ve které se nachází tři legující prvky, a proto byla zvolena ke zkoumání chemické nehomogenity. Vybraná slitina typu AlCu4MgMn má chemické složení :

Si – 0,13 %, Fe – 0,18 %, **Cu – 4,36 %**, **Mn – 0,80 %**, **Mg – 1,49 %**, Cr – 0,004 %, Zn – 0,02 %, Ti – 0,007 %, Ni- 0 %, Pb – 0,0087 %, Bi – 0,001 %, Zr – 0 %.

U nehomogenizovaného litého čepu ze slitiny AlCu4MgMn bylo provedeno barevné leptání roztokem 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml destilované vody s cílem zkoumání chemické nehomogenity jednotlivých legujících prvků v rámci různě zbarvených dendritických buněk. Barevné odstíny v rámci jedné dendritické buňky, jako i rozdílné zbarvení jednotlivých dendritických buněk a také mezidendritického prostoru dokazují nehomogenitu chemického složení materiálu. U několika rozdílně

zbarvených dendritických buněk byla provedena plošná EDX analýza (obr.11, 12, 13) a bodová EDX analýza jednotlivých buněk ve dvou směrech (obr.směr A, B).

Plošná EDX analýza naznačuje relativně stejnou distribuci **Mg** po celé ploše dendritické buňky. U **Al** je možné pozorovat v rámci dendritické buňky zvýšenou koncentraci v primárních ramenech a nízkou koncentraci v mezidendritických prostorech. **Mn** vykazuje lokálně zvýšenou koncentraci v mezidendritických prostorech a pro **Cu** je typická zvýšená koncentrace v mezidendritických prostorech (obr. 11, 12, 13).

Lineární EDX analýza byla realizována u jednotlivých vybraných dendritických buněk v 9-ti analyzovaných bodech ve směru A a B (obr.15 – č.7428, obr.16 - č. 7429, tabulka č. 3, č. 4) a potvrdila vysokou koncentraci **Cu** v mezidendritických prostorech. U dendritické buňky č. 7427 (obr. 14, tabulka č. 2) dosahuje koncentrace **Cu** u některých měření v mezidendritických prostorech až do 25 %. Rozdíly v koncentraci tohoto prvku v mezidendritických prostorech souvisí pravděpodobně s rozdílnými nerovnovážnými eutektiky, které se mohou u této slitiny vyskytovat. Zajímavý je průběh koncentrace **Mn**, který vykazuje značnou rozdílnost, zejména v případě dendritické buňky č. 7429 směr B (tabulka č. 4).

Z uvedených výsledků lze konstatovat, že větší procento legujících prvků se nachází v mezidendritických prostorech ve formě hrubých licích segregátů (nerovnovážných eutektik, intermetalických fází) a menší procento hliníku. Pozoruhodná je prakticky rovnoměrná distribuce Mg po ploše dendritické buňky a velice nerovnoměrná distribuce Mn v rámci jedné dendritické buňky.

3.4. Využití barevné metalografie při hodnocení kvality homogenizace u hliníkových slitin

Chemická nehomogenita litého materiálu se snižuje pomocí homogenizace. Homogenizace podle ČSN 42 0056 [14] je definovaná jako způsob tepelného zpracování, které pozůstává z výdrže na vysoké teplotě v blízkosti solidu za účelem odstranění nebo snížení chemické segregace difúzí. Z technologického hlediska se jedná o nejdelší proces tepelného zpracování při tak vysokých teplotách. U hliníkových slitin dochází v procese homogenizaci k následujícím procesům :

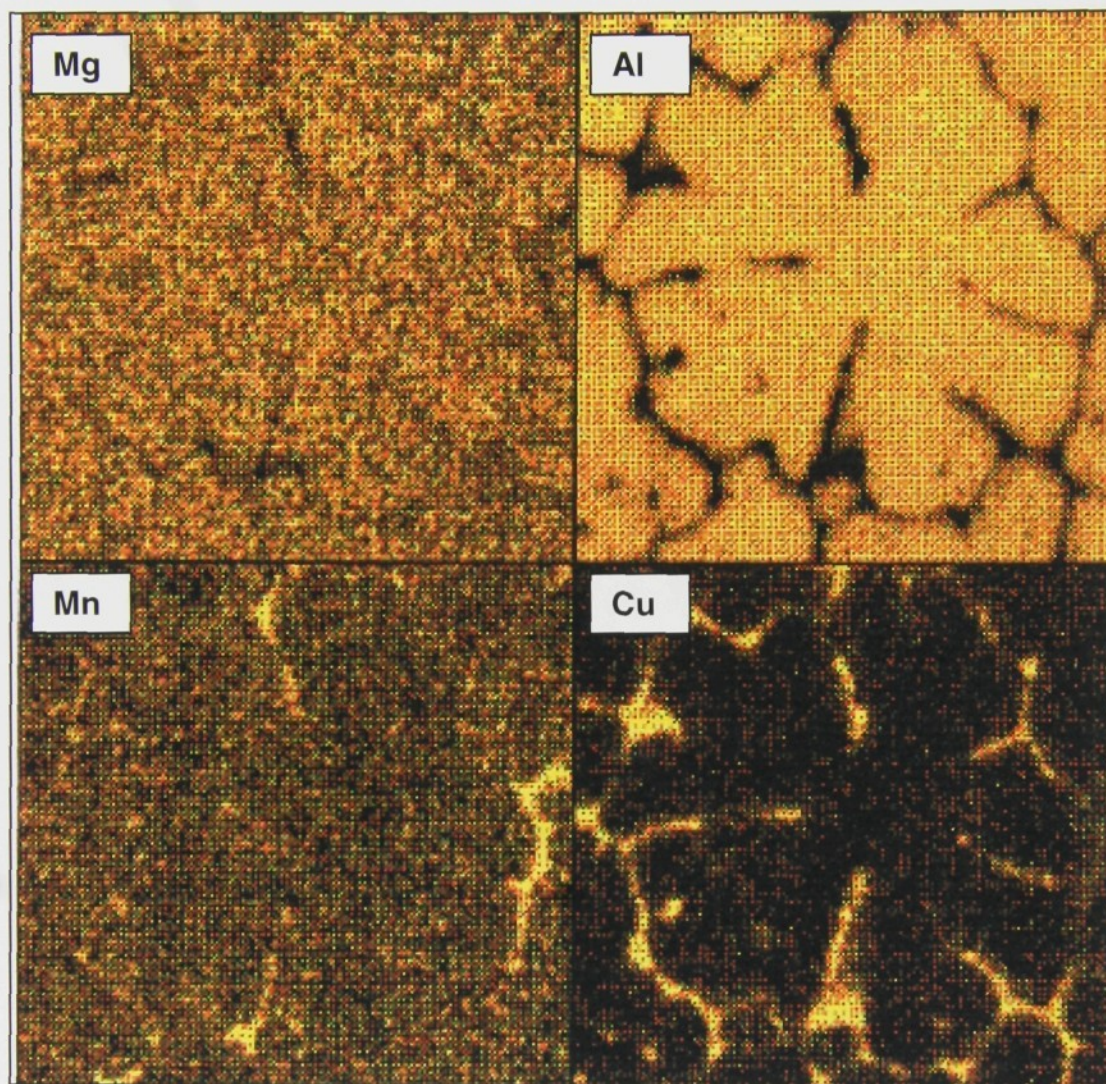
- k rozpouštění nerovnovážných intermetalických fází, které vznikly v procesu krystalizace a k difúzi příslušných prvků do matrice tvořené α fáze,
- k rozpouštění nerovnovážných eutektik, vzniklých při vyšší rychlosti krystalizace jako je rovnovážní a k difúzi příslušných prvků do matrice,
- k precipitaci (u vytvrditelných slitin) některých prvků z přesycené α matrice ve formě intermetalických fází při ochlazení z teploty homogenizace.

Protože se homogenizací odstraňuje nebo snižuje chemická nehomogenita v mikoměřítku (v rámci jednotlivých dendritických buněk) je možné použít barevné leptání pro posouzení a zhodnocení kvality homogenizace. Při porovnání vzorku před

Obr.11 Plošná EDX analýza dendritické buňky u slitiny AlCu4MgMn

Koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší.

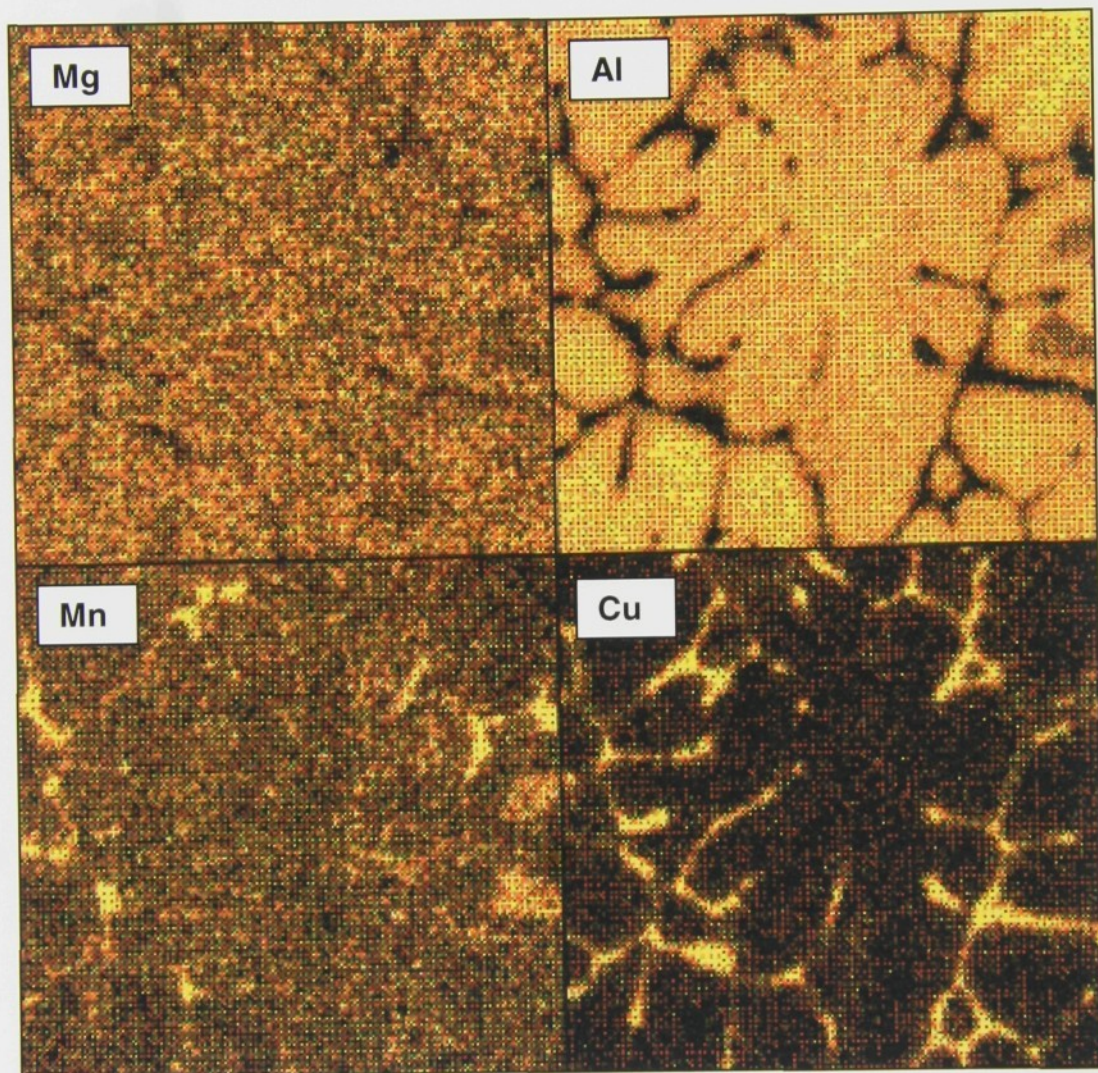
Označená číslem 7427



Obr.12 Plošná EDX analýza dendritické buňky u slitiny AlCu4MgMn

Koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší.

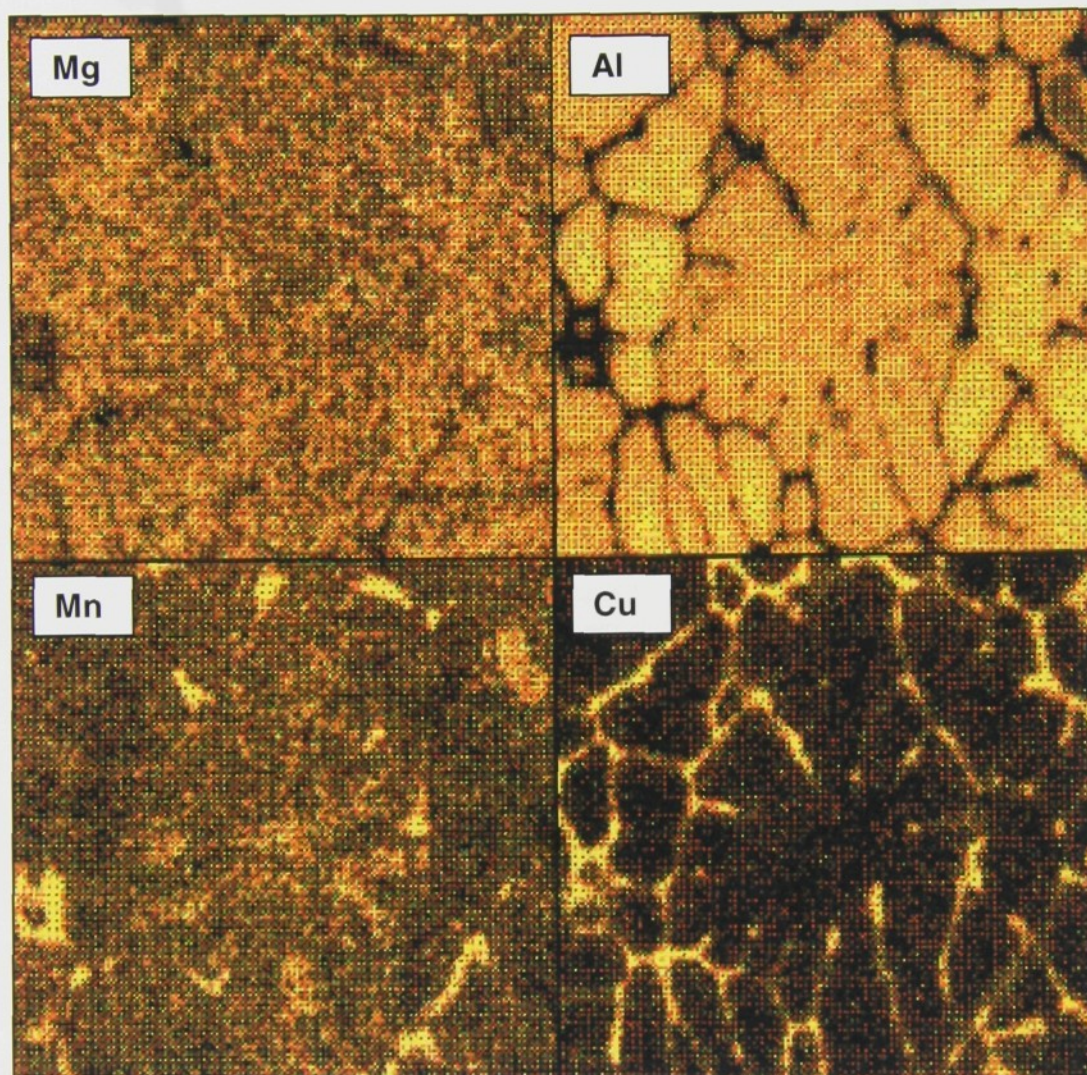
Označená číslem **7428**



Obr.13 Plošná EDX analýza dendritické buňky u slitiny AlCu4MgMn

Koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší.

Označená číslem **7429**

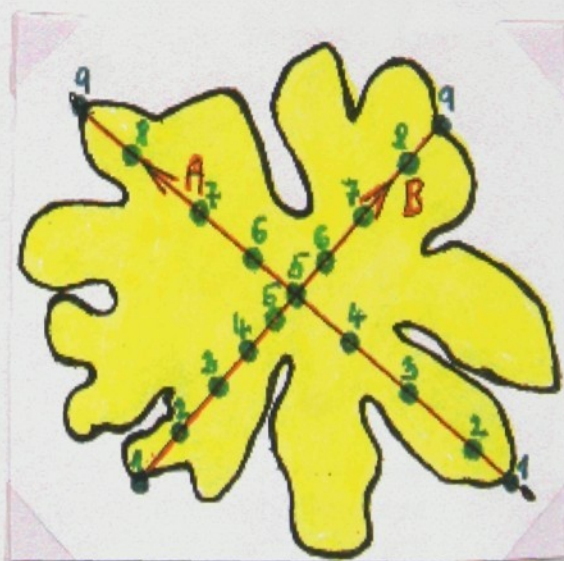
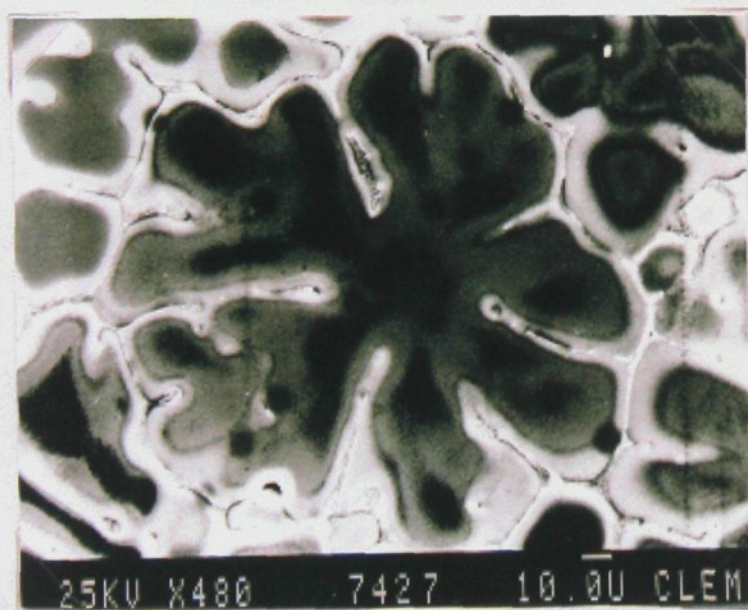


Obr.14 Lineární EDX analýza dendritické buňky u slitiny AlCu4MgMn označené č. 7427.



Barevné leptání litého, nehomogenizovaného stavu slitiny AlCu4MgMn v roztoku KMnO₄ + KOH po dobu 60 sekund po elektrolytickém leštění.

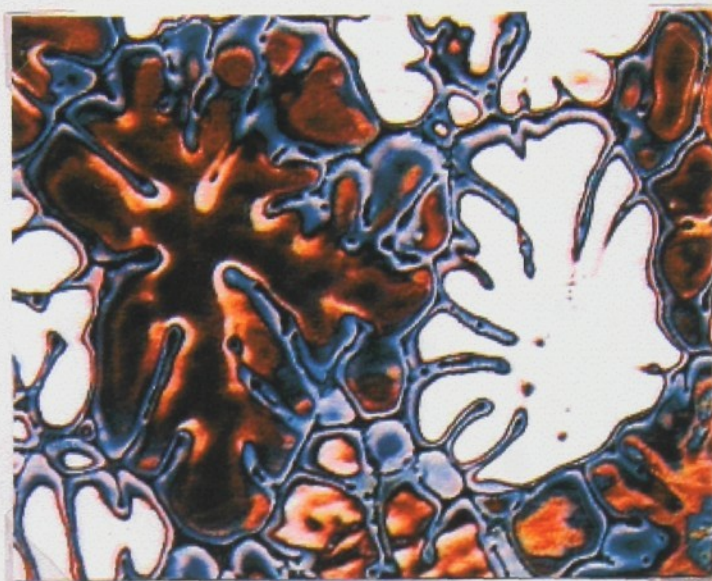
zvětšení 300x



Snímek dendritické buňky zhotoven pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu u které byla provedena plošná EDX analýza a schéma dendritické buňky s určenými směry analýz (směr A + B), kde jsou vyznačená místa, u kterých byla provedená bodová analýza.

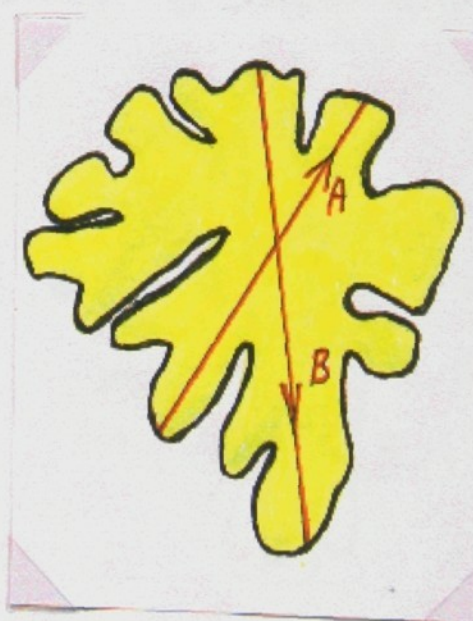
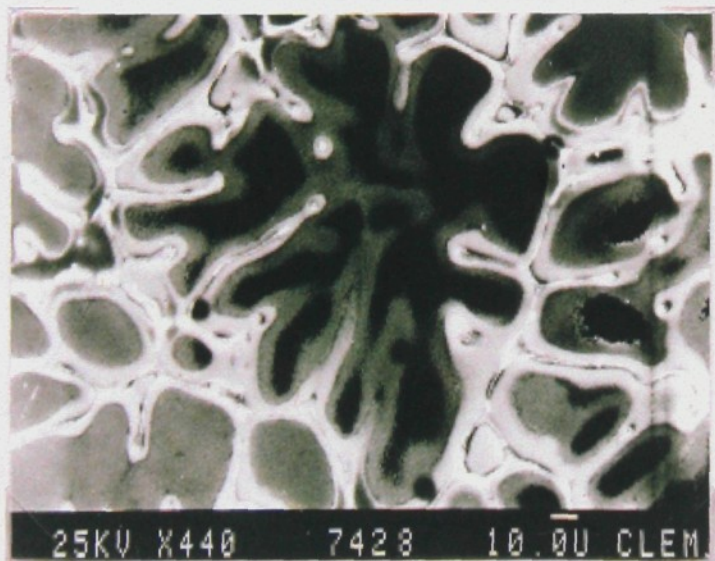
zvětšení 480x

Obr.15 Lineární EDX analýza dendritické buňky u slitiny AlCu4MgMn označené č. 7428.



Barevné leptání litého, nehomogenizovaného stavu slitiny AlCu4MgMn v roztoku $\text{KMnO}_4 + \text{KOH}$ po dobu 60 sekund po elektrolytickém leštění.

zvětšení 300x



Snímek dendritické buňky zhotoven pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu u které byla provedena plošná EDX analýza a schéma dendritické buňky s určenými směry analýz (směr A + B).

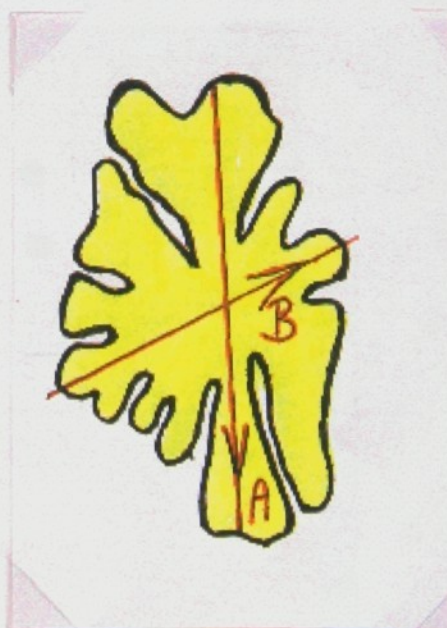
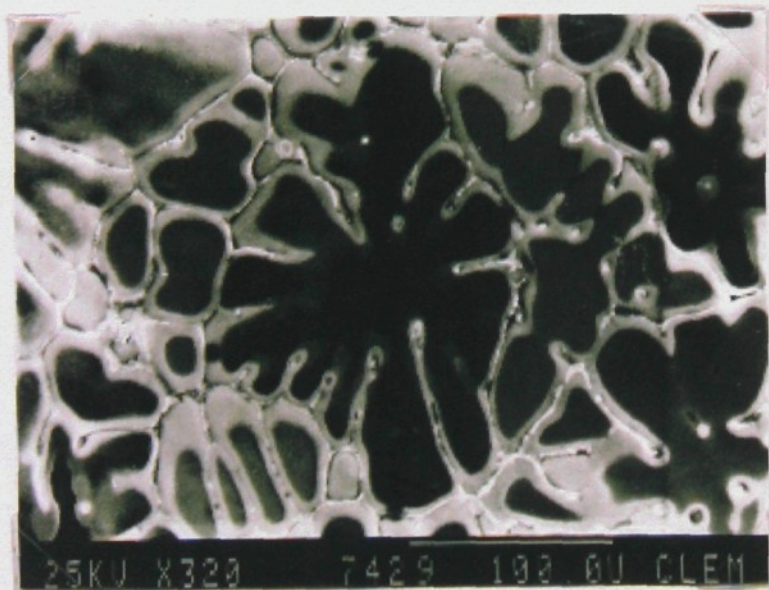
zvětšení 440x

Obr.16 Lineární EDX analýza dendritické buňky u slitiny AlCu4MgMn označené č. 7429.



Barevné leptání litého, nehomogenizovaného stavu slitiny AlCu4MgMn v roztoku KMnO₄ + KOH po dobu 60 sekund po elektrolytickém leštění.

zvětšení 300x



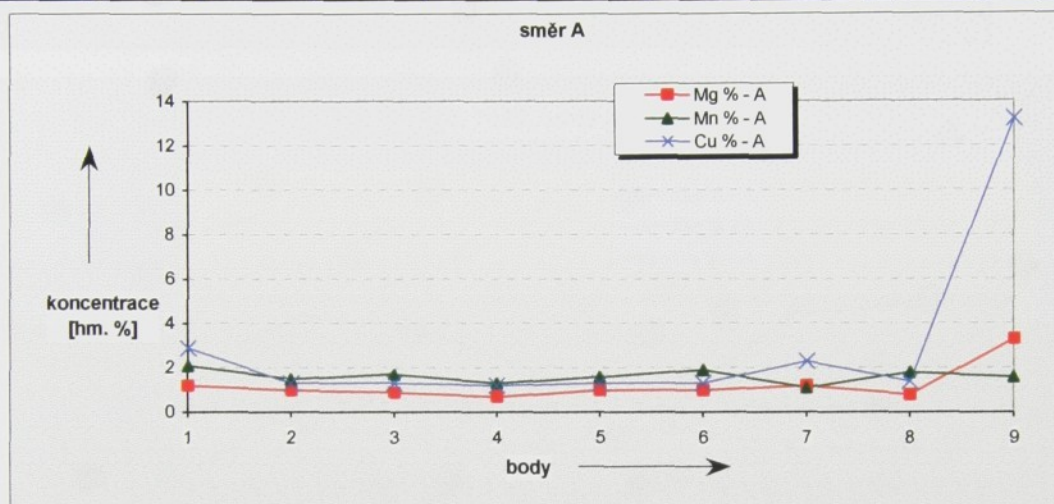
Snímek dendritické buňky zhotoven pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu u které byla provedena plošná EDX analýza a schéma dendritické buňky s určenými směry analýz (směr A + B).

zvětšení 440x

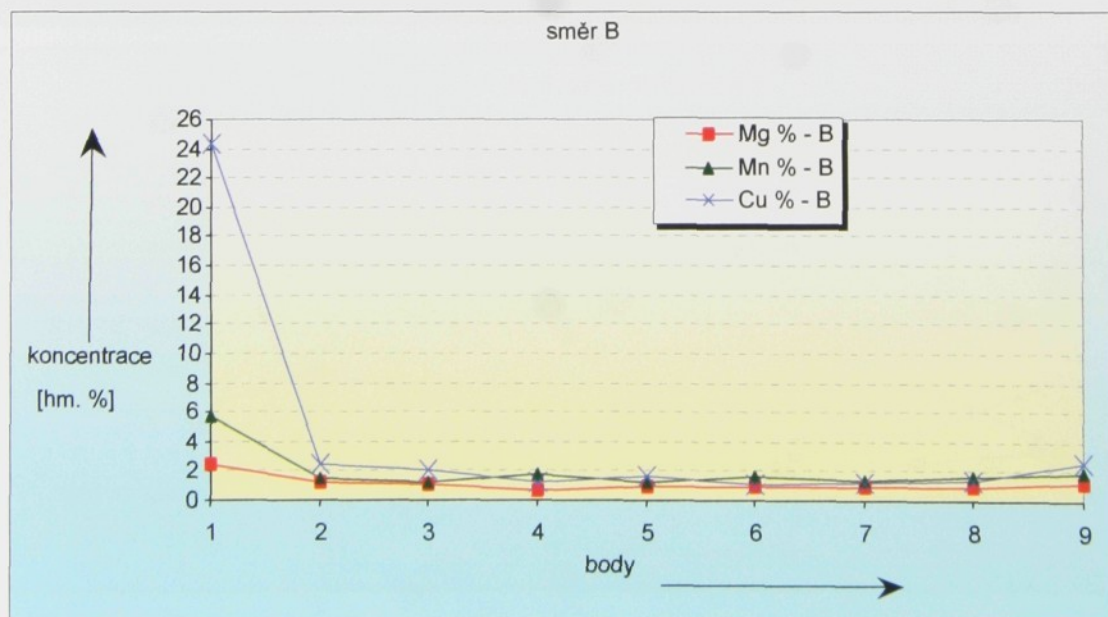
Habitační práce

Tabulka č. 2 Tabulka výsledků s grafem lineární EDX analýzy jednotlivých prvků dendritické buňky č. 7427.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Al % - A	93.8	96.3	96.2	96.8	96.2	95.8	95.4	96	81.8
Mg % - A	1.2	1	0.9	0.7	1	1	1.2	0.8	3.3
Mn % - A	2.1	1.5	1.7	1.3	1.6	1.9	1.1	1.8	1.6
Cu % - A	2.9	1.3	1.3	1.2	1.3	1.3	2.3	1.4	13.2



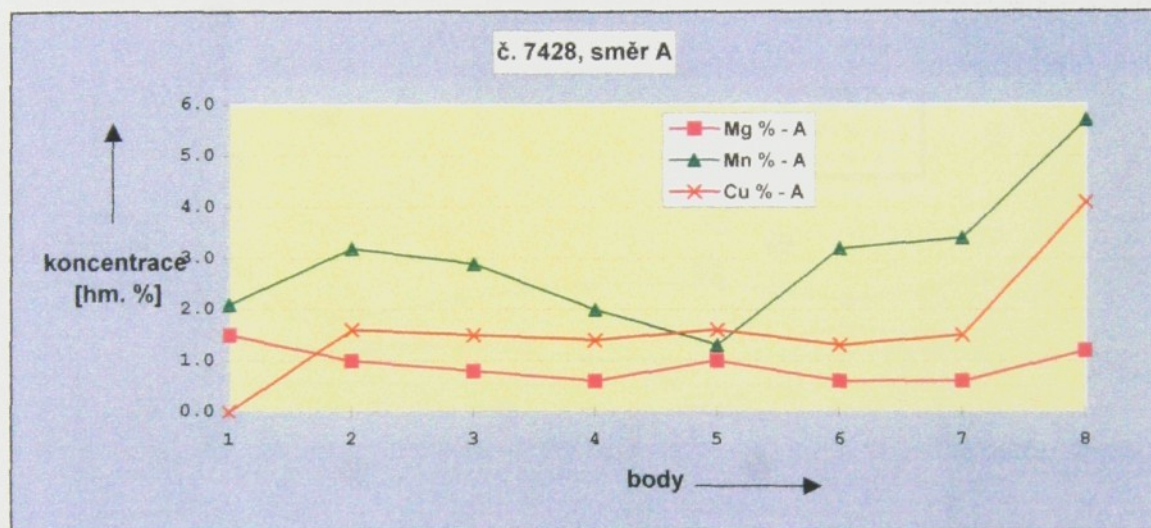
	1	2	3	4	5	6	7	8
Al % - B	67.4	94.9	95.6	96.3	96.2	93.3	96.4	96.1
Mg % - B	2.4	1.3	1.1	0.7	0.9	0.9	0.9	1
Mn % - B	5.8	1.5	1.3	1.8	1.3	1.7	1.4	1.6
Cu % - B	24.4	2.4	2	1.2	1.6	1.1	1.3	1.4



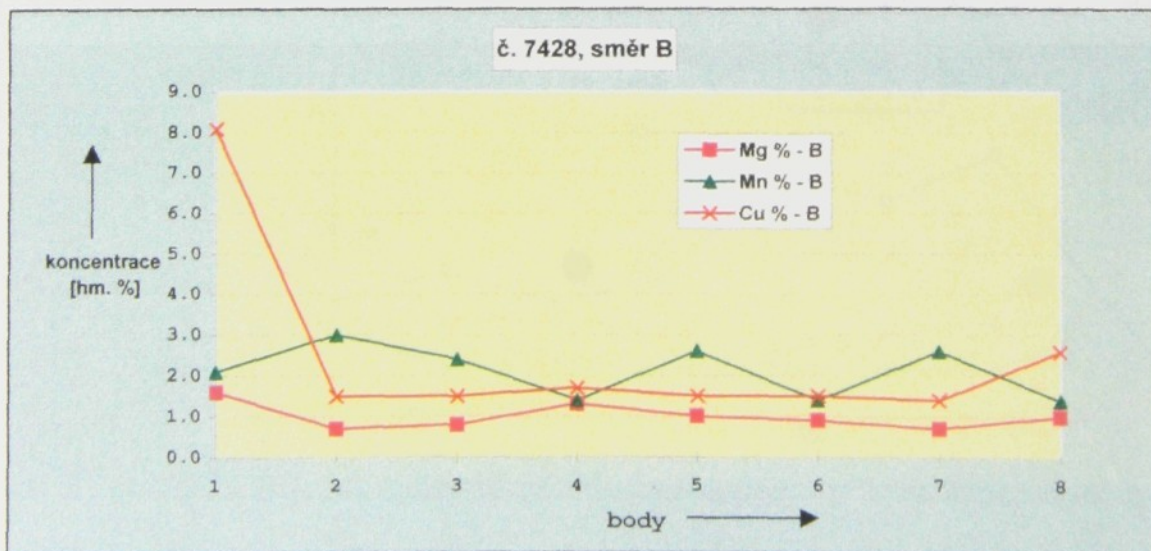
Habitační práce

Tabulka č. 3 Tabulka výsledků s grafem lineární EDX analýzy jednotlivých prvků dendritické buňky č. 7428.

	1	2	3	4	5	6	7	8
Al % - B	92.4	94.3	94.9	96.0	96.2	94.9	94.5	84.1
Mg % - A	1.5	1.0	0.8	0.6	1.0	0.6	0.6	1.2
Mn % - A	2.1	3.2	2.9	2.0	1.3	3.2	3.4	5.7
Cu % - A	4.0	1.6	1.5	1.4	1.6	1.3	1.5	4.1



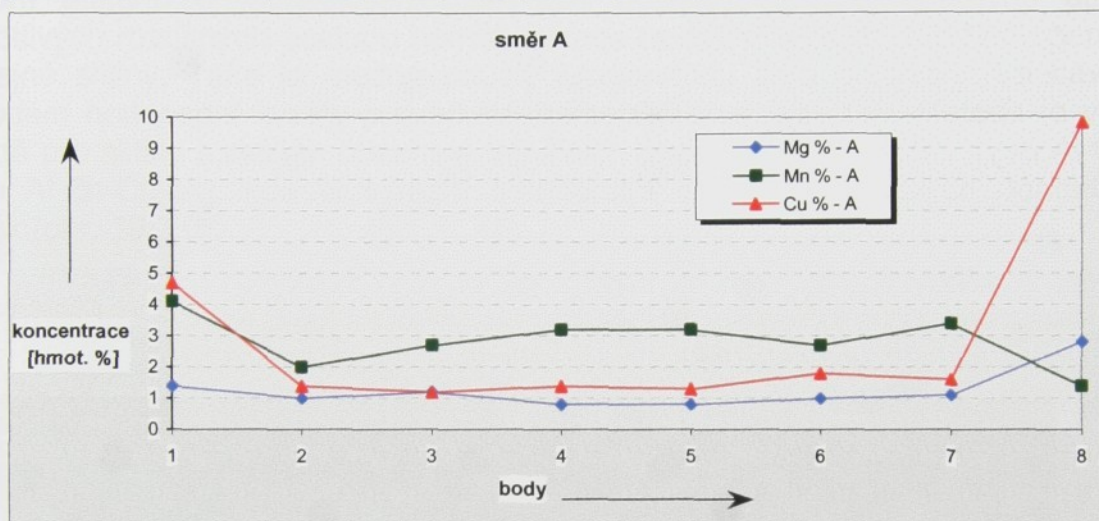
	1	2	3	4	5	6	7	8
Al % - B	88.2	94.8	95.4	95.7	94.9	96.1	95.3	94.4
Mg % - B	1.6	0.7	0.8	1.3	1.0	0.9	0.7	1.0
Mn % - B	2.1	3.0	2.4	1.4	2.6	1.4	2.6	1.4
Cu % - B	8.1	1.5	1.5	1.7	1.5	1.5	1.4	2.6



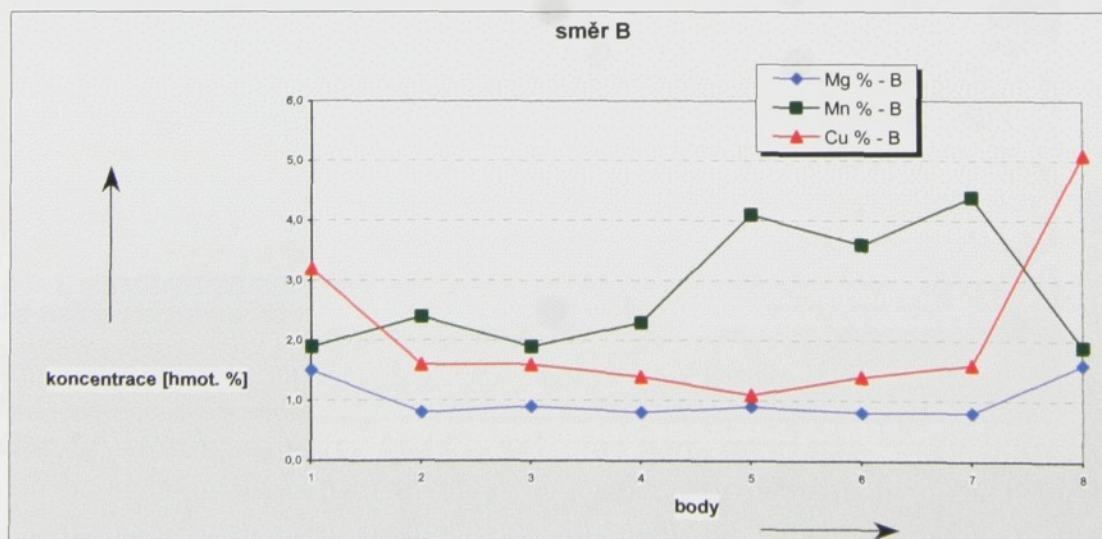
Habitační práce

Tabulka č. 4 Tabulka výsledků s grafem lineární EDX analýzy jednotlivých prvků dendritické buňky č. 7429.

	1	2	3	4	5	6	7	8
Al % - A	87.8	95.7	95	94.6	94.2	94.2	93.9	86
Mg % - A	1.4	1	1.2	0.8	0.8	1	1.1	2.8
Mn % - A	4.1	2	2.7	3.2	3.2	2.7	3.4	1.4
Cu % - A	4.7	1.4	1.2	1.4	1.3	1.8	1.6	9.8



	1	2	3	4	5	6	7	8
Al % - B	93.5	95.2	95.6	95.6	93.6	94.2	93.2	91.4
Mg % - B	1.5	0.8	0.9	0.8	0.9	0.8	0.8	1.6
Mn % - B	1.9	2.4	1.9	2.3	4.1	3.6	4.4	1.9
Cu % - B	3.2	1.6	1.6	1.4	1.1	1.4	1.6	5.1



a po homogenizaci u stejné slitiny platí, že čím je kvalita homogenizace lepší, tím jsou stejné barevné odstíny v rámci jednotlivých dendritických buněk stejnoměrnější a minimální barevné odstíny mezi jednotlivými dendritickými buňkami (obr.18), což svědčí o kvalitně provedené homogenizace. Světlá místa vykreslují mezidendritické prostory a vytvářejí světlé síťování, kde jsou patrné zbytky primárních nerozpadlých licích segregátů.

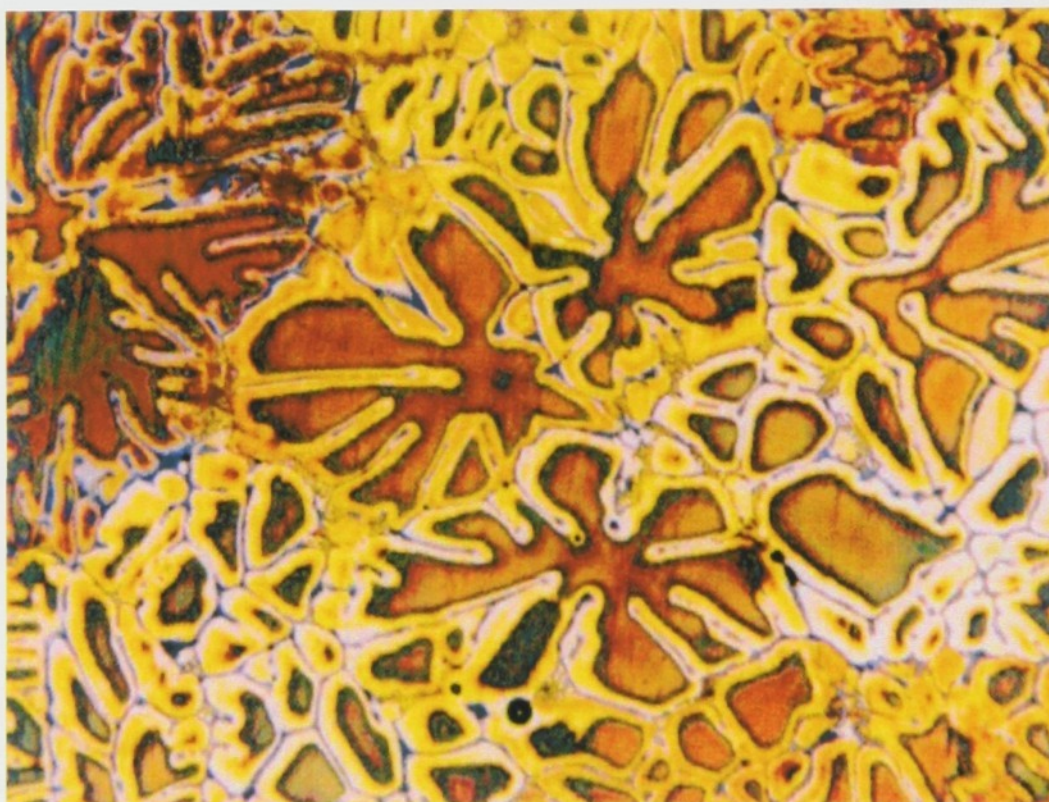
Z provedených zkoušek u nehomogenizovaného a homogenizovaného materiálu vyplývá, že lze využít efektu barevného leptání pro posuzování kvality homogenizace u jednotlivých typů hliníkových slitin. Je možné si vytvořit určitý systém etalonů u jednotlivých slitin, kde budou porovnané barevné struktury jednotlivých rozdílných postupů homogenizace (rozdílné teploty, čas homogenizace) u stejné slitiny. Také je možné použít tuto metodu jako doplňující ke stávajícím metodám hodnocení kvality provedené homogenizace [16, 17]. Metoda je vhodná hlavně pro slitiny s vyšším obsahem legujících prvků např. pro slitiny typu Al-Cu-Mg nebo Al-Zn-Cu-Mg, kde je výrazní strukturální v rámci jednotlivých dendritických buněk (obr. 19, 20).



Obr.17 Struktura slitiny AlMgSiPbBi před homogenizací. Zv. 300x



Obr.18 Struktura slitiny AlMgSiPbBi po homogenizaci 12 hodin.
Zv. 300x



Obr.19 Struktura slitiny AlCu4MgMnPb před homogenizací. Středová oblast litého čepů s výraznou chemickou nehomogenitou v rámci jednotlivých dendritických buněk.
Zv. 100x



Obr. 20 Struktura slitiny AlCu4MgMnPb po homogenizaci 11 hodin. Kvalitní homogenizace je charakterizovaná rovnoměrným zbarvením v rámci jednotlivých dendritických buněk.
Zv. 100x

3.5 Identifikace lité struktury a vad u nemodifikovaného a modifikovaného siluminu pomocí barevného kontrastu

Slitiny typu Al – Si patří k nejdůležitějším a nejrozšířenějším slévárenským slitinám hliníku. Můžeme je rozdělit do tří základních skupin a to na :

- a. **podeutektické** s obsahem Si 4,5 – 10 %
- b. **eutektické** s obsahem Si 10 – 13 %
- c. **nadeutektické** s obsahem Si nad 13 %

Křemík má větší krystalizační schopnost než hliník, a proto krystalizuje za menšího podchlazení ve tvaru dlouhých jehlic. Jehlicovitá struktura křemíku vyvolává křehkost siluminu. Proto pro zlepšení mechanických vlastností se provádí modifikování siluminů. Modifikace u siluminů způsobí přechod hrubých jehlicovitých nebo deskovitých krystalů křemíku v jemně zrnité.

Vhodnou metodikou leptání je možné u analyzovaných slévárenských slitin získat výrazný barevný kontrast a odlišit jednotlivé strukturální složky. Další část této kapitoly je zaměřena na ukázky jednotlivých litých struktur nemodifikovaných a modifikovaných siluminů a na příklady typických metalurgických vad ve slévárenských slitinách typu Al – Si.

Na obrázku č. 21 je struktura nemodifikovaného podeutektického siluminu AlSi9, kde je patrné výrazné modré zbarvení jehlic Si a hnědé zbarvené zrna tuhého

roztoku α . Využitím poznatků [18] bylo provedeno barevné leptání na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben následujícímu leptání ve dvou fázích:

- a. leptání v 10 % roztoku H_3PO_4 – 10 minut
- b. barevné leptání 1 minutu v roztoku o složení : 6 g $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$
10 ml konc. HCl
4 g NH_4FHF
200 ml dest. vody

Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.

Na obrázku 22 je struktura nemodifikovaného eutektického siluminu $AlSi12CuMgNi$, kde je patrné sytě modré zbarvení jehlic Si, které jsou rovnoměrně rozloženy v hnědě zbarveném tuhém roztoku α . Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben následujícímu leptání v roztoku o složení : 8 g $KMnO_4$ + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 - 40 sekund.

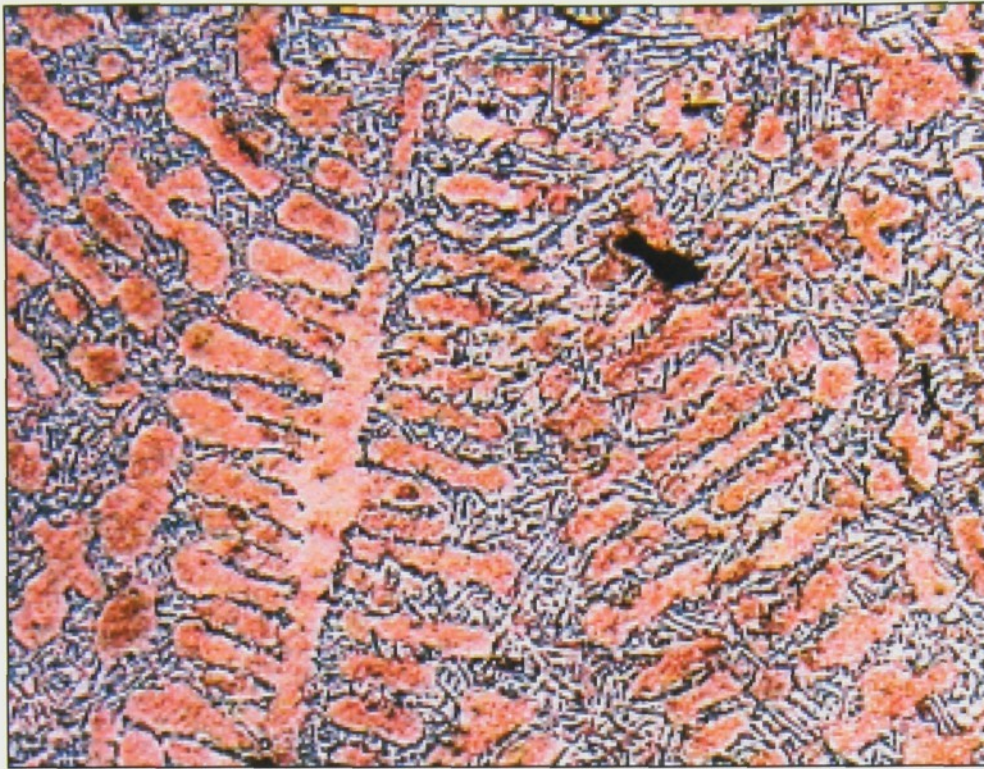
Na obrázcích 23 a č. 24 je struktura nemodifikovaného eutektického siluminu $AlSi12CuMgNi$ s jednotlivými druhy fází a k nim příslušné EDX analýzy. Na obrázku č.21 je patrná velká modře zbarvená částice Si, světlomodré fáze $AlFeMnSi$, tmavě modře zbarvené fáze $AlNiFeMn$ a hnědé útvary tuhého roztoku. U obrázku č. 24 je velká rozvětvená tmavomodře zbarvená fáze $AlSiMg$ morfologicky označená jako čínské písmo [19]. Slitina typu $AlSi12CuMgNi$ má složení :

Si 12-12,2 %, Cu 1,1-1,3 %, Mg 1,3 %, Ni 1,0 %, Fe 0,06 %, Zn 0,02 %.

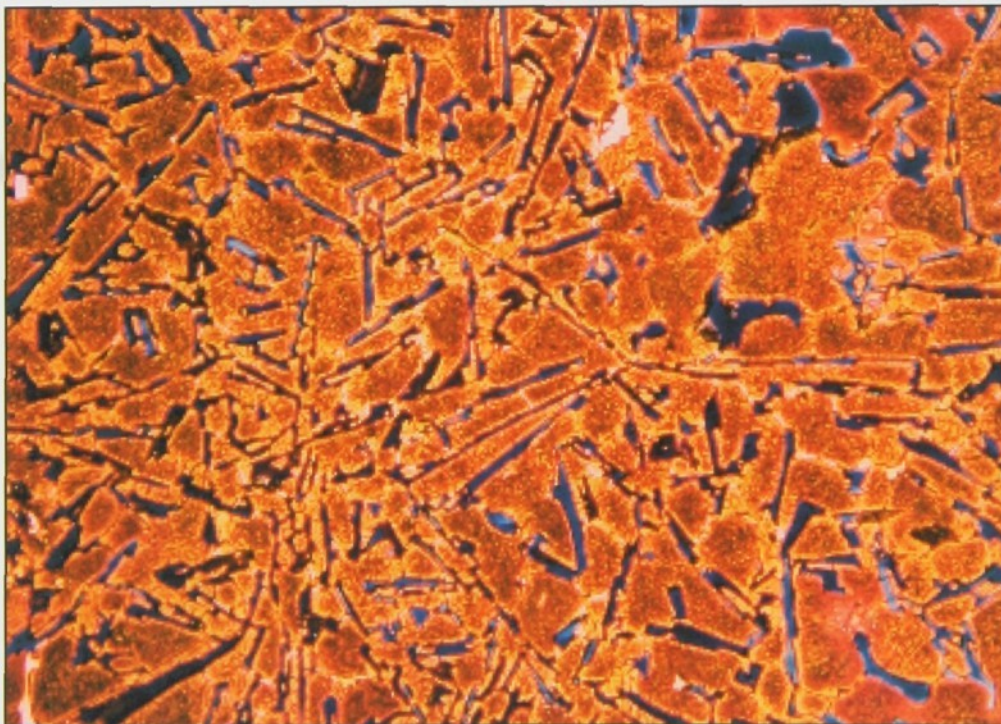
Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání v roztoku o složení : 8 g $KMnO_4$ + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 – 40 sekund. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.

Na obrázku 25 je dokumentovaná struktura typického modifikovaného podeutektického siluminu. Barevným kontrastem je zvýrazněno chemické odmíšení (fialovo – zeleno – hnědé zbarvení) v dendritech α a eutektikum α + Si, které obsahuje jemné zrnité modře zbarvené částice Si. Obrázek č. 26 zachycuje detail eutektika α + Si u podeutektického siluminu, které vytváří výrazné síťování s modře zbarvenými zrnitými částicemi Si. Jedná se o slitinu $AlSi7Mg0,3$ (dle DIN EN 1706) s chemickým složením daného vzorku : **Si 7,10 %**, Fe 0,123 %, Cu 0,0025 %, **Mg 0,321 %**, Ti 0,149 %, Zn 0,0079 %. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání v roztoku o složení : 8 g $KMnO_4$ + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 sekund. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.

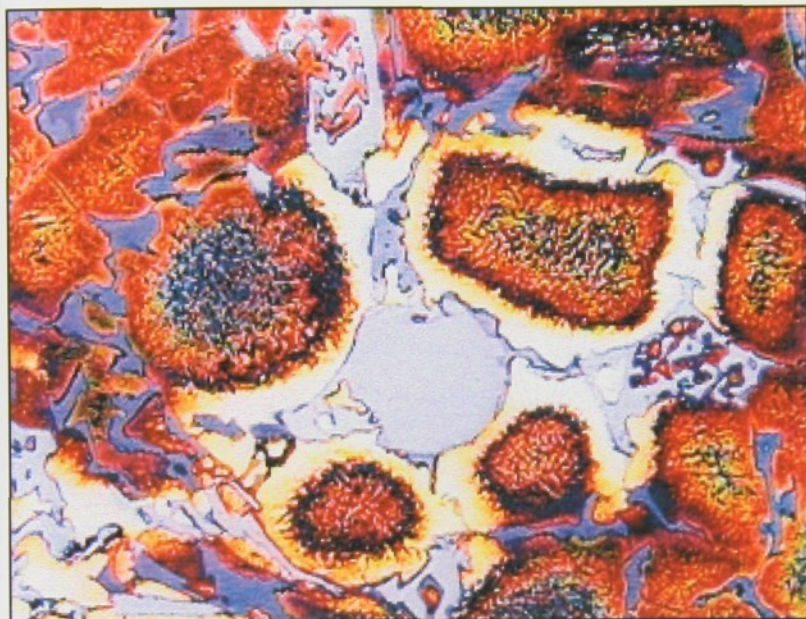
Na obrázku 27 je dokumentovaná anomální struktura u odlitků s nevyhovující mechanickou obrobiteľností ze slitiny STN 42 4330. Jedná se o eutektický silumin s následujícím normovaným chemickým složením : Si 11,0 – 13,0 %, max. Fe 0,60 %, Cu max. 0,10 %, Mn 0,10 – 0,40 %, Ti max.0,15 %, Zn max. 0,15, zbytek Al. Vzorek dané slitiny má chemické složení : **Si 10,612 %**, **Fe 1,0348 %**, Cu 0,1347 % , Mn 0,1643 %, **Mg 0,3479 %**, Zn 0,0682 %, Ti 0,0265 %, Na 0,00078 %, Sr 0 %, Sb 0,0099%, Zr 0,0007 %, zbytek Al. Struktura této slitiny obsahuje velké jehlice Si, což svědčí o tom, že nebyla realizována modifikace slitiny. Důkazem nerealizované modifikace je také absence Na a Sr při provedené kvantitativní chemické analýze. Velice zajímavý je výskyt velkých krystalograficky vyvinutých částic šedého zbarvení. EDX analýzy ukázaly, že se jedná o částice bohaté na Fe s přítomností piků Si a Al.



Obr. 21 Struktura nemodifikovaného podeutektického siluminu Zv. 150x

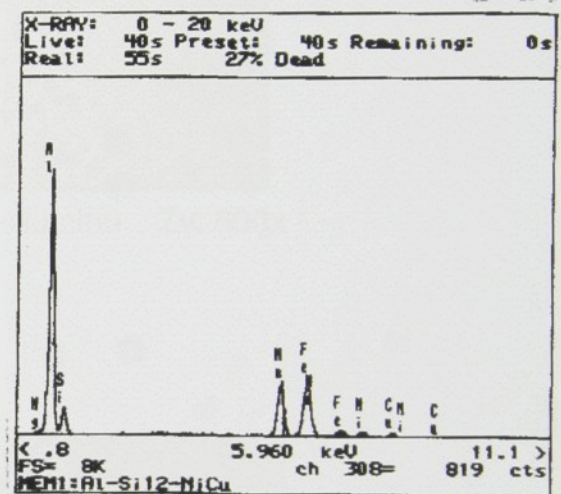
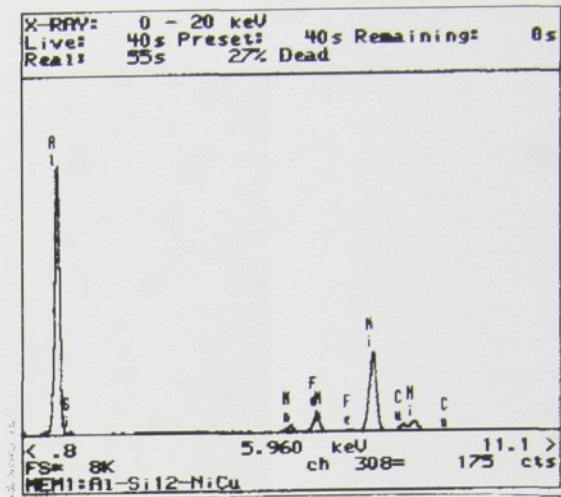


Obr. 22 Struktura nemodifikovaného eutektického siluminu Zv. 500x

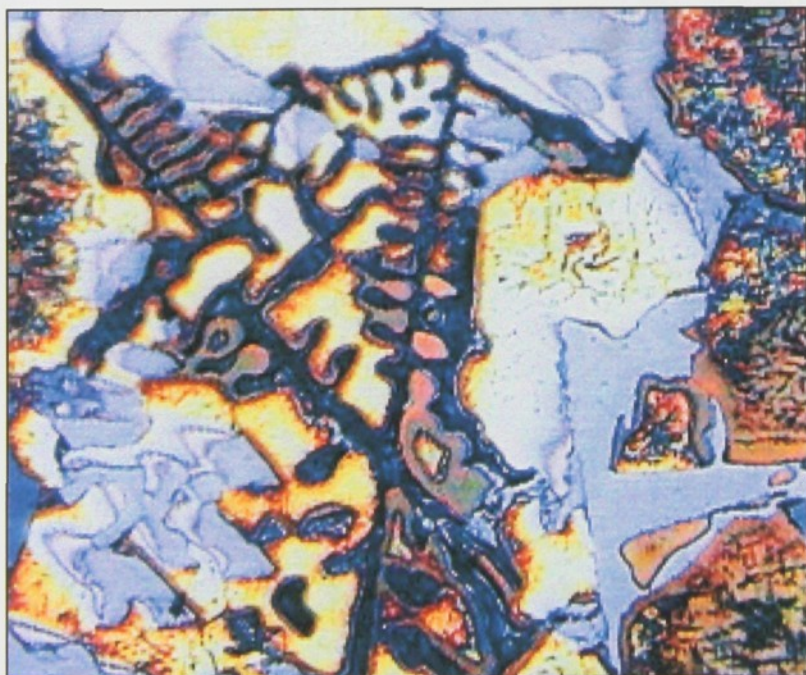


Obr. 23 Slitina AlSi12CuMgNi

Zv. 300x

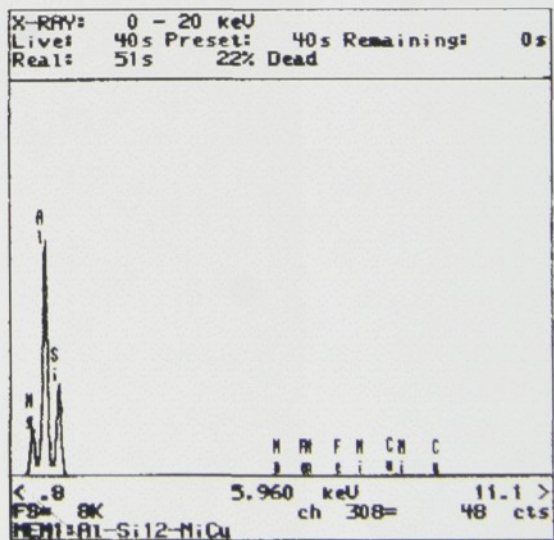


EDX analýza k obr. 23

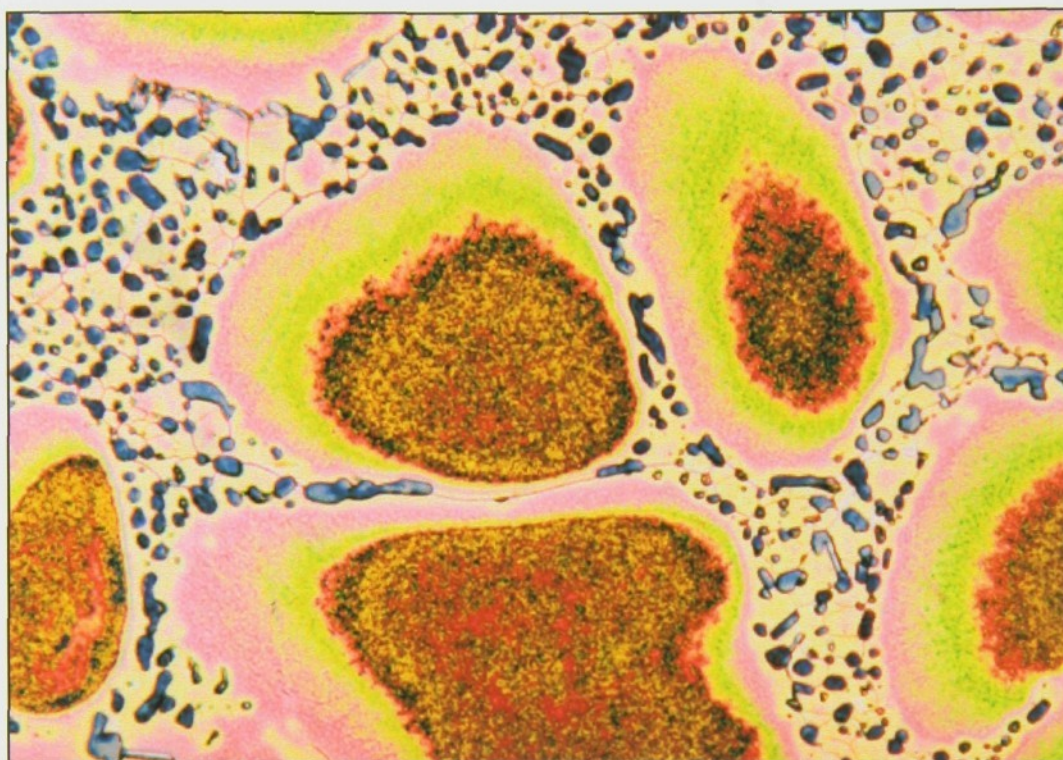


Obr. 24 Slitina AlSi12CuMgNi

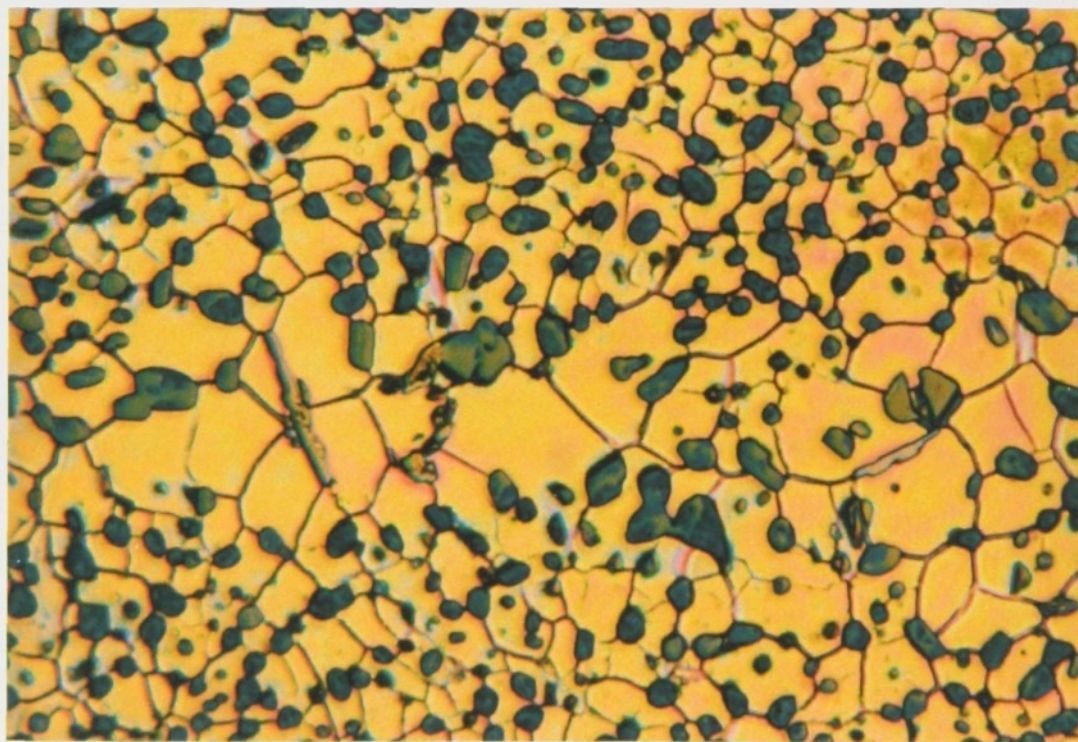
Zv. 750x



EDX analýza k obr. 24



Obr. 25 Struktura modifikovaného podeutektického siluminu Zv. 500x



Obr. 26 Struktura eutektika u podeutektického siluminu Zv. 1500x

Protože je obsah Fe ve slitině 1,03 %, je možné v souladu s údaji [20] předpokládat, že se jedná o částice intermetalické fáze FeSiAl_5 , která je přítomna, když je obsah Fe u tohoto typu slitiny vyšší než 0,5 %. Podle [21] vysoký obsah Fe a jehlicovitě vyloučený křemík výrazně zhoršují mechanickou obrobitelnost slévárenských slitin na bázi Al – Si. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání ve dvou fázích :

a. leptání v 10 % roztoku H_3PO_4 – 10 minut

b. 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 sekund.

Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli s použitím Nomarského diferenciálního interferenčního kontrastu.

Na obrázku 28 je dokumentovaná anomální struktura podeutektického nemodifikovaného siluminu s výskytem velké oxidické blány. V důsledku obklopení taveniny oxidickou blánou dochází k heterogennímu průběhu krystalizace a k nehomogenitě chemického složení. Tavenina obklopená uvnitř oxidické blány tuhne pomaleji než tavenina mimo oxidickou blánu, což souvisí s tím, že oxidická blána působí jako izolátor a zabraňuje většímu odvodu tepla. Výsledkem jsou pak větší a rozvětvenější dendrity uvnitř oxidické blány. Vzorek má následující chemické složení : **Si 9,6277 %**, **Fe 0,7712 %**, Cu 1,8083 % , Mn 0,193 %, **Mg 0,3165 %**, Zn 0,6767 %, Ti 0,0263 %, Na 0 %, Sb 0,009%, Zr 0,0017 %, zbytek Al. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben následujícímu leptání ve dvou fázích :

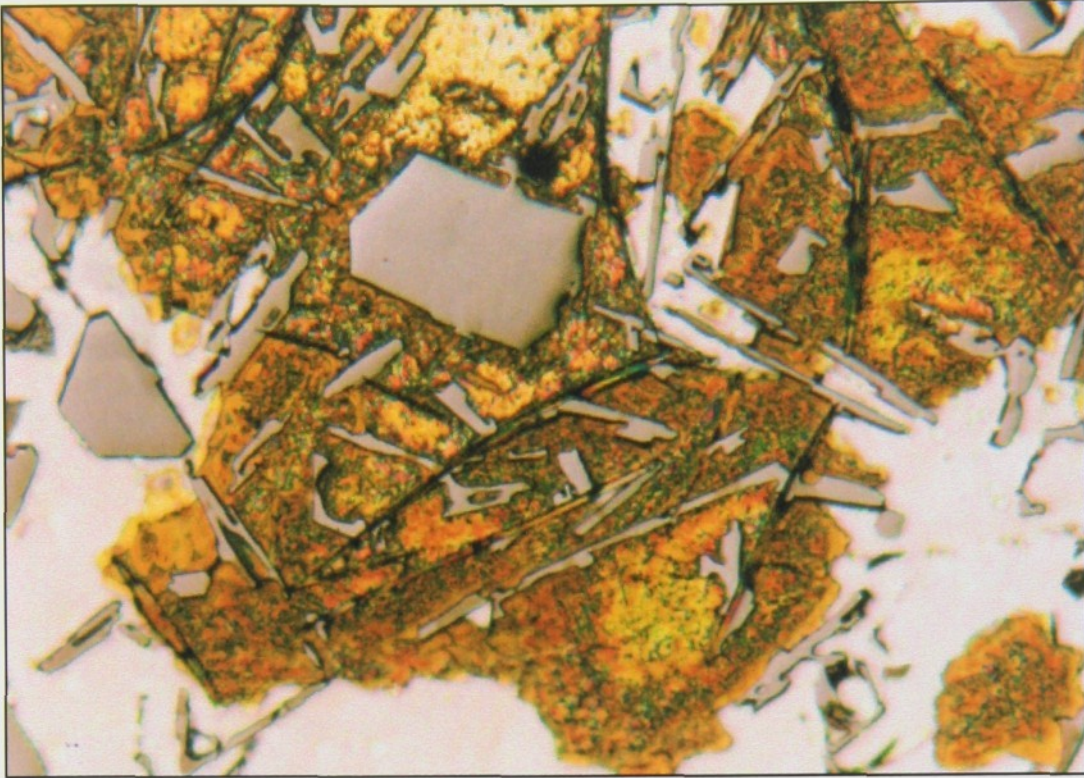
a. leptání v 10 % roztoku H_3PO_4 – 10 minut

b. 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 sekund.

Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli s použitím Nomarského diferenciálního interferenčního kontrastu.

Na obrázku 29 je dokumentovaná anomální struktura podeutektického modifikovaného siluminu s výskytem velkého počtu oxidických blan ve formě nepravidelného síťování a s dendritickou porezitou ve struktuře odlitku. Taková struktura je typická pro mimořádně nekvalitní technologii výroby. Příčina je v nedostatečném odplynění taveniny a v nedostatečném odstranění oxidických blan před samotným litím materiálu. Jedná se o slitinu AlSi7Mg0,3 (dle DIN EN 1706) s následujícím chemickým složením daného vzorku : **Si 7,10 %**, Fe 0,123 %, Cu 0,0025 %, **Mg 0,321 %**, Ti 0,149 %, Zn 0,0079 %. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání v roztoku o složení : 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 sekund. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.

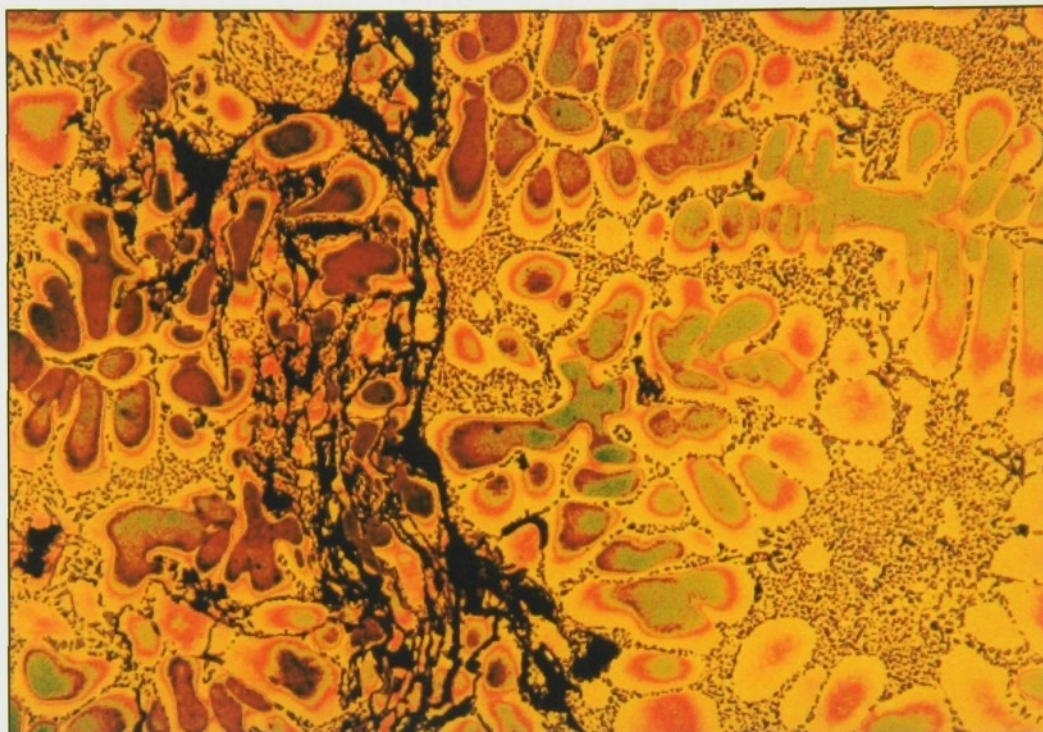
Na obrázku 30 je anomální struktura nemodifikovaného eutektického siluminu AlSi12CuMgNi s výskytem dvou světle a tmavě modře zbarvenými částicemi nerozpuštěného Si. Dále je ve struktuře patrné rozložení modře zbarvených jehlic Si v tuhém roztoku α , který je zbarven do hněda. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání v roztoku o složení : 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 – 40 sekund. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.



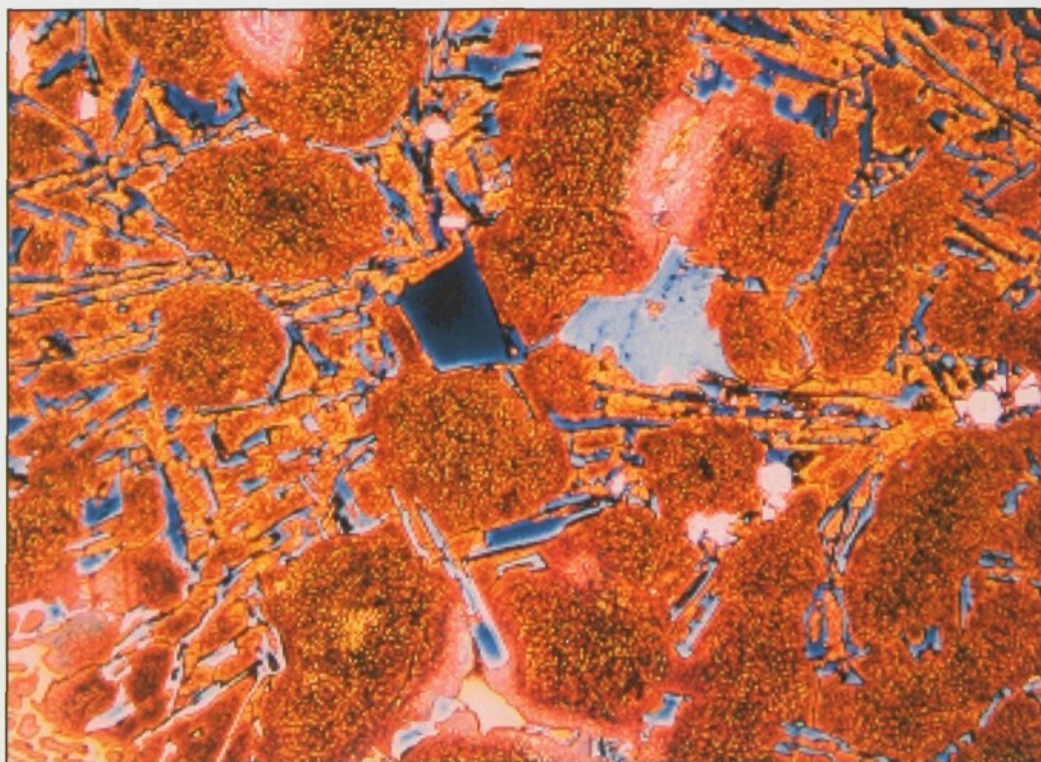
Obr. 27 Struktura eutektického siluminu a intermetalické fáze FeSiAl_5
Zv. 500x



Obr. 28 Struktura podeutektického siluminu s výskytem velké oxidické blány
Zv. 200x



Obr. 29 Struktura podeutektického modifikovaného siluminu s výskytem velkého počtu oxidických blan
Zv. 200x



Obr. 30 Struktura nemodifikovaného siluminu s částicemi nerozpuštěného Si
Zv. 500x

3.6 Barevná metalografie a EDX analýza při identifikaci cizorodých Fe částic u tvářených hliníkových slitin

V podniku Alcan Děčín Extrusions s.r.o. se tvářením hliníkových slitin vyrábějí tyče, profily a trubky. Jedná se o průtlačné lisování materiálu za tepla na lisech určených k určitému sortimentu výrobků. Při lisování dochází ojediněle k poškození lisovacích nástrojů a úlomky (částice) z těchto nástrojů vnikají do hliníkového materiálu a dochází k tzv. druhotnému zavměstkování materiálu cizorodými částicemi.

Cílem této části práce je provést identifikaci těchto cizorodých částic dle jejich charakteristických znaků a to včetně EDX analýzy na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Na základě analýzy známých případů a s využitím experimentálních metod (například optické metalografie, mikrotvrdosti a barevné metalografie) stanovit určitou metodiku při další opakované identifikaci cizorodých částic stejného typu. V experimentální části se soustředíme na dva charakteristické případy identifikace cizorodých částic na bázi železa (nástrojové oceli).

Při identifikaci cizorodých částic na bázi železa byly použité následné experimentální metody :

- optická metalografie makrostruktury a mikrostruktury - cílem je zjistit velikost, morfologii a charakter umístění cizorodých částic v hliníkovém materiálu,
- barevná optická metalografie - zjistit ovlivnění struktury v oblasti cizorodých železitých částic, barevným odlišením od hliníkového materiálu zjistit charakteristické zbarvení, odpovídající chemickému složení cizorodé částice,
- měření mikrotvrdosti cizorodých částic podle Vickerse,
- EDX analýza cizorodých částic pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu - určit přesné chemické složení cizorodých částic a určit druh a charakter materiálu, z kterého pocházejí.

A. 1. případ - cizorodá částice zjištěná u tyče ϕ 40 mm ze slitiny AlMgSi1

Makrostruktura tyče obsahuje u povrchu cizorodou částici o rozměrech 0,7 x 0,9 mm (obr. 31). Z morfologického hlediska se jedná o ostrohrannou částici, která obsahuje několik trhlin a jeden menší úlomek, který se ulomil z větší částice (obr. 32). Na makrostrukturu obrázku je patrné místo i směr vniknutí cizorodé částice do hliníkového materiálu, o čemž svědčí i nespojitost mezi základním hliníkovým materiálem a vniklou částicí.

Mikrostruktura po barevném leptání roztokem B1 ($\text{NH}_4\text{FHF} + \text{HCl}$) + $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ potvrzuje odlišné chemické složení hliníkového materiálu a cizorodé částice. Hliníkový materiál po barevném leptání prakticky nemění zbarvení, zůstává bílý, částice se výrazně zbarví do hněda a v některých místech je patrný přechod do tmavomodrého zbarvení (obr. 39).

Pro přesnější zařazení cizorodé částice bylo provedeno měření mikrotvrdomosti podle Vickerse. Hodnoty mikrotvrdomosti HV_{0,2} u cizorodé částice se pohybují v rozmezí 1525-1717, což odpovídá hodnotám velice tvrdého materiálu. Takové hodnoty mikrotvrdomosti vykazují nástrojové oceli v oblasti nitridované vrstvy (ϵ - fáze).

K určení původu cizorodé částice byla provedena EDX analýza na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Snímek cizorodé částice z elektronového rastrovacího mikroskopu a EDX analýza (obr. 33, 34) dokládá, že cizorodá částice je na bázi Fe-Mn-Cr-Mo-V. To odpovídá složením nástrojové oceli používané při výrobě matic a to dvěma typům slitin o složení :

TLH 19 552 (AISI H11) :	TLH 19 554 (AISI H13) :
C = 0,33 - 0,43 %	C = 0,32 - 0,45 %
Cr = 4,75 - 5,5 %	Cr = 4,75 - 5,5 %
Mn = 0,2 - 0,5 %	Mn = 0,2 - 0,5 %
Mo = 1,1 - 1,6 %	Mo = 1,1 - 1,75 %
Si = 0,8 - 1,2 %	Si = 0,8 - 1,2 %
V = 0,3 - 0,6 %	V = 0,8 - 1,2 %

Závěrem tohoto případu lze konstatovat, že všechny provedené experimentální metody u této cizorodé částice dokládají, že se jedná o úlomek lisovacího nástroje, který byl vyroben z nástrojové oceli typu TLH 19 552 nebo TLH 19 554. Jedná se o úlomek matrice a to z oblasti plošky lisovacího nástroje v oblasti, kde byla provedena nitridace nástroje.

B. 2. případ - cizorodá částice zjištěná u profilu ze slitiny AlMgSi_{0,5}

Makrostruktura profilu obsahuje cizorodou částici o rozměrech cca 2 x 11 mm (obr. 35). Z morfologického hlediska se jedná o ostrohrannou částici, geometricky různorodou a rozpadlou na dvě menší částice. Na obrázku č. 36 je patrný směr vniknutí cizorodé částice do hliníkového materiálu.

Mikrostruktura po barevném leptání roztokem KMnO₄ + NaOH zbarví cizorodou částici do světlomodra a hliníkový materiál do tmavomodra se zřetelným vykreslením hranic jednotlivých zrn (obr. 40). Na obrázku č. 40 je také velice zřetelně patrná tepelně ovlivněná oblast, způsobená vniknutím cizorodé částice. Tepelně ovlivněná oblast má žluto - červené zbarvení a potvrzuje předpoklad o druhotném zavměstkování hliníkového materiálu při tváření.

Pro přesnější zařazení cizorodé částice bylo provedeno měření mikrotvrdomosti podle Vickerse. Hodnoty mikrotvrdomosti HV_{0,2} u cizorodé částice se pohybují v rozmezí 883 - 928. Takové hodnoty mikrotvrdomosti vykazují nástrojové oceli v oblasti základního materiálu.

K určení původu cizorodé částice byla provedena EDX analýza na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Snímek cizorodé částice z elektronového rastrovacího mikroskopu a EDX analýza (obr. 35, 36) dokládá, že cizorodá částice je na bázi Fe-Ni-Co-Mn-Mo-Ti. To odpovídá složením nástrojové oceli používané při výrobě nástrojů, které mají být mimořádně rozměrově stálé. Jedná se o dva typy slitin se složením :

TLH 19 901 :

C = max.0,02 %
Ni = 17,0 - 19,0 %
Ti nebo V = 0,3 - 0,7 %
Mo = 4,5 - 5,5 %
Co = 7,0 - 8,5 %

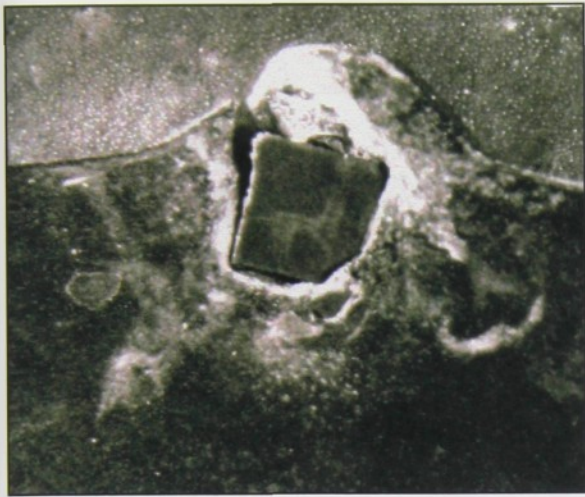
TLH 19 902 :

C = max. 0,02 %
Ni = 17,0 - 19,0 %
Ti nebo V = 0,3 - 0,7 %
Mo = 4,5 - 5,5 %
Co = 8,0 - 10,0 %

Všechny provedené experimentální metody u této cizorodé částice dokládají, že se jedná o úlomek lisovacího nástroje. Jedná se o úlomek matrice, který byl vyroben z nástrojové oceli typu TLH 19 901 nebo TLH 19 902.

Použitím experimentálních metod (optickou metalografií makrostruktury a mikrostruktury, barevnou optickou metalografií, mikrotvrdosti a EDX analýzy) lze spolehlivě identifikovat cizorodé částice, které pocházejí z nástrojové oceli. Také z morfologického hlediska se jedná o geometricky dosti pravidelné ostrohranné částice. Ke vniknutí těchto částic do hliníkového materiálu dochází v procesu lisování, kde dochází ke drolení (nebo k ulomení) části lisovacího nástroje nebo lisovacích plošek a následnému zavměstkování hliníkového materiálu.

Při využití těchto vyjmenovaných experimentálních metod lze opakovaně provést identifikaci obdobných částic pocházejících z nástrojových ocelí a to i bez nutnosti provést EDX analýzu na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Tyto postupy s využitím popsaných experimentálních metod (mimo EDX analýzy), lze zevšeobecnit do určité metodiky při identifikaci cizorodých částic na bázi Fe v procesu tváření materiálu.



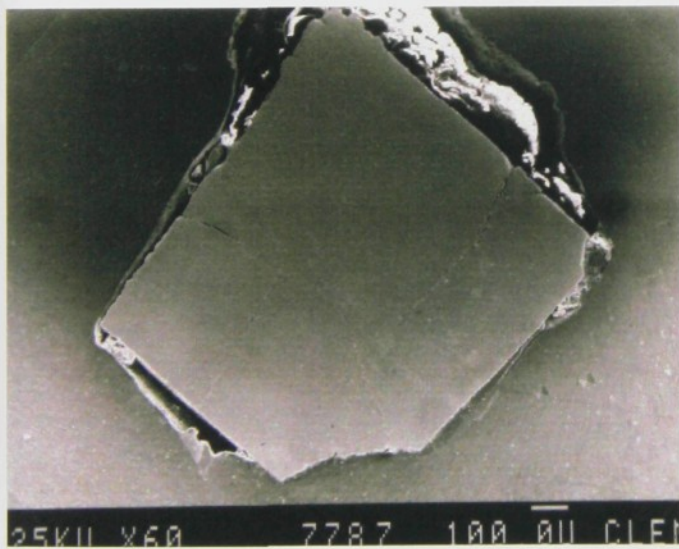
Obr. 31

Zv. 20x



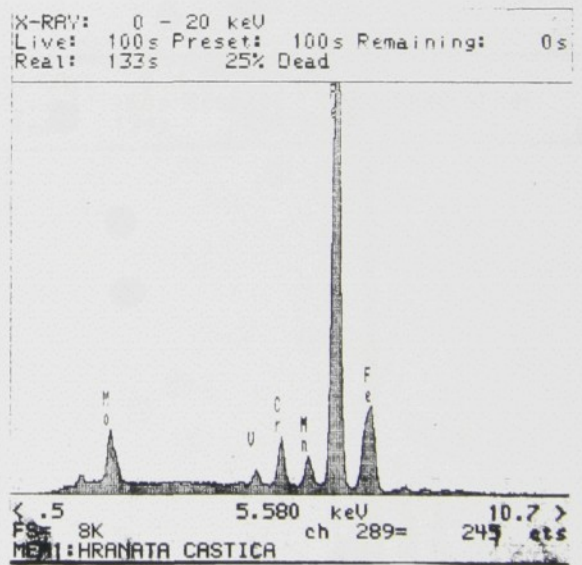
Obr. 32

Zv.50x



Obr. 33

Zv.60x



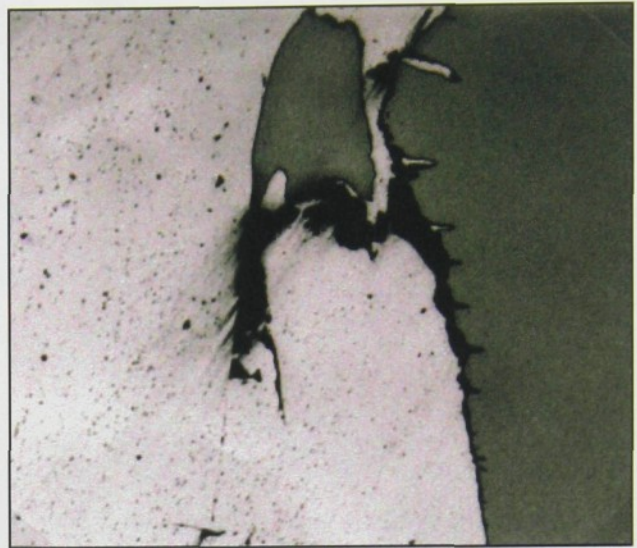
Obr. 34

EDX analýza



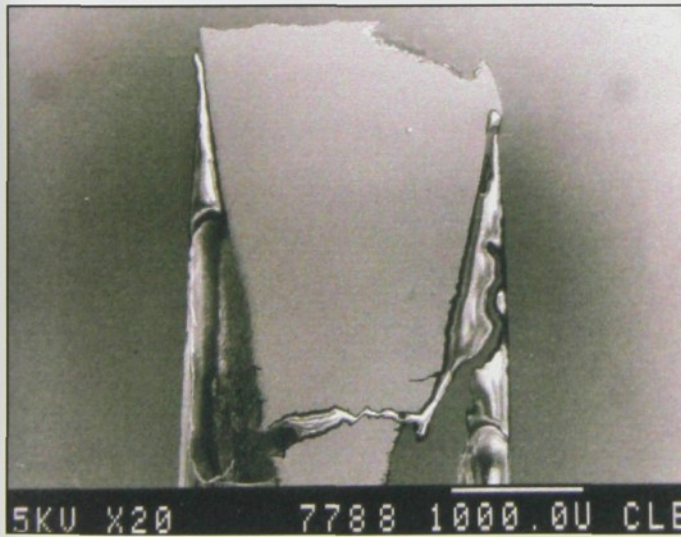
Obr. 35

Zv. 12x



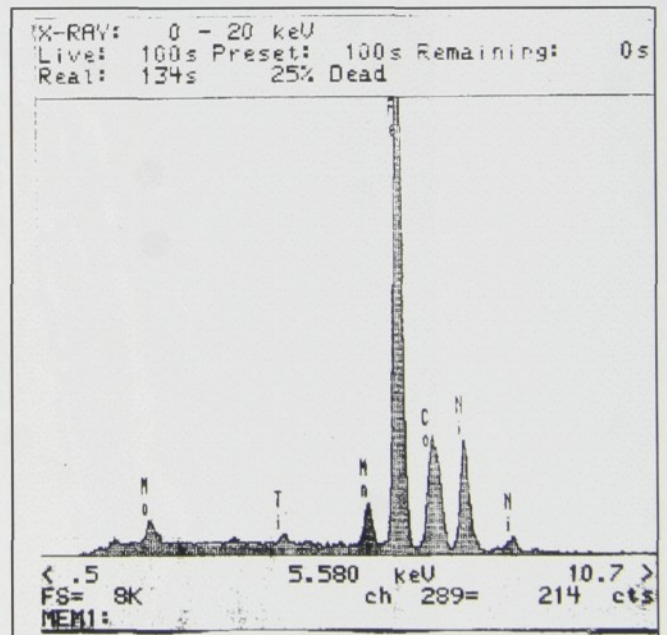
Obr. 36

Zv.50x



Obr. 37

Zv.20x



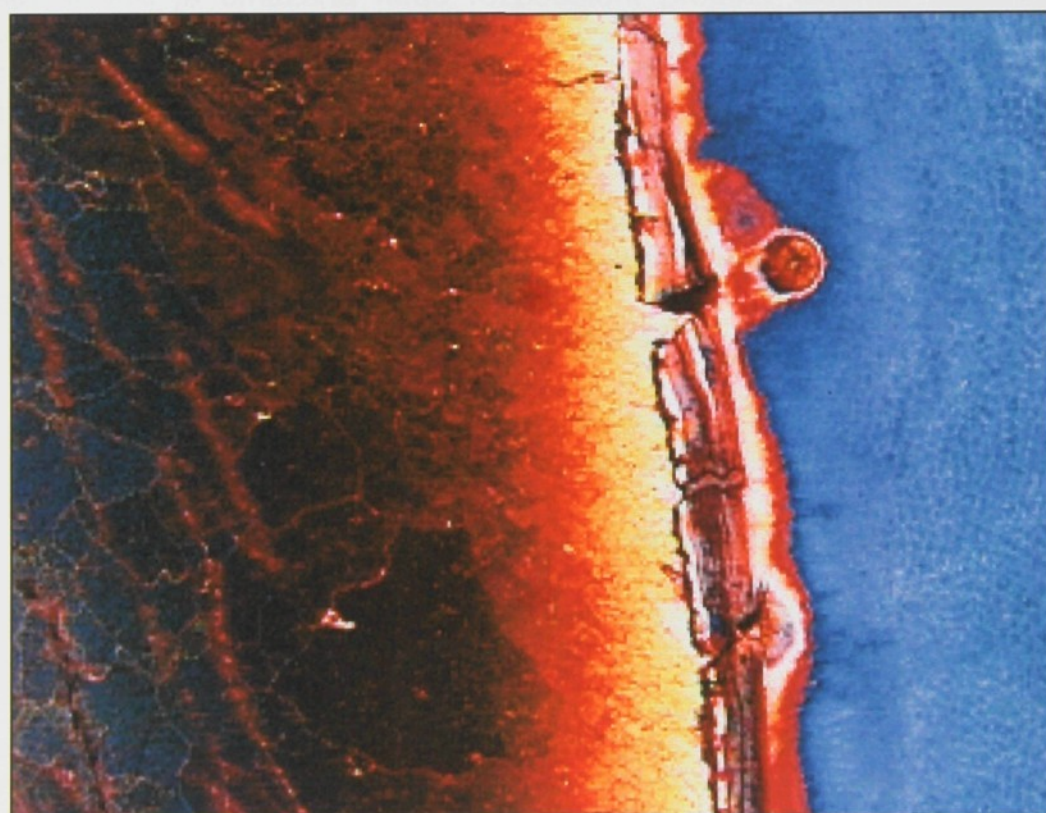
Obr. 38

EDX analýza



Obr. 39

Zv. 150x



Obr. 40

Zv. 150x

3.7 Barevná metalografie a EDX analýza při identifikaci nerozpuštěných kovů a předslitin (Cr, Zr, Si)

Při legování hliníkových slitin kovy nebo předslitinami legujících prvků dochází při nedodržení určitých technologických podmínek k nedostatečnému rozpuštění legujících prvků a k jejich výskytu ve tvaru velkých samostatných částic nebo shluků částic, což způsobuje nehomogenitu materiálu v daném objemu. Nedodržení určitých technologických podmínek, které může způsobovat nedostatečné rozpuštění kovů nebo předslitin, je různé a jedná se zejména o následující podmínky při legování : nízká teplota kovu při legování, nedostatečná výdrž na teplotě, nedostatečné promíchání taveniny, vysoká koncentrace legujícího prvku v předslitině, velký rozdíl v měrné hmotnosti legujícího prvku a hliníku, atd. Detailním popisům jednotlivých vad byla věnovaná práce [19].

V podmínkách Alcan Děčín Extrusions s.r.o., který vyrábí hliníkové slitiny pro tváření se ojediněle vyskytly případy nedostatečně rozpuštěného Cr, Zr, Si, Ti, Bi nebo Pb. V případě výskytu velkých částic Pb a Bi je důvodem velký rozdíl měrné hmotnosti legujícího prvku a hliníku a jejich omezená rozpustnost v hliníku. Olovo a vizmut při legování klesá na dno pece a má schopnost koagulace (shlukování) do větších částic. Proto se tavení hliníkových slitin s obsahem Pb a Bi provádí v indukčních pecích, kde probíhá stále promíchávání taveniny. Nebezpečí při legování hliníku hrozí i u prvků, které mají daleko vyšší bod tavení než hliník a jejich rozpustnost v Al je omezená nebo rozpouštění probíhá dlouhou dobu. Takovým případem může být křemík, kde křemík (omezená rozpustnost Si v hliníku, velké kusy legujícího Si.....) se nerozpustí v hliníku a ve tvaru samostatných ostrohranných krychlí, desek nebo jejich shluků přechází z taveniny do tuhého stavu. Proto při dolegování použijeme raději předslitinu s obsahem křemíku 10 – 20 %.

Nerozpustné částice kovů nebo předslitin můžeme považovat za určitý druh nepřípustných vměstků, které jsou zvláště nežádoucí a nebezpečné. Jejich nebezpečí tkví hlavně v následujících oblastech :

- způsobují lokálně nehomogenitu materiálu,
- mohou iniciovat trhliny,
- ochuzují základní materiál o legující prvek,
- velké částice a jejich shluky způsobují snížení mechanických a únavových vlastností materiálu,
- v případě Pb a Bi způsobují zhoršení obrobiteľnosti materiálu.

Jednotlivé příklady výskytu nerozpustných kovů a předslitin

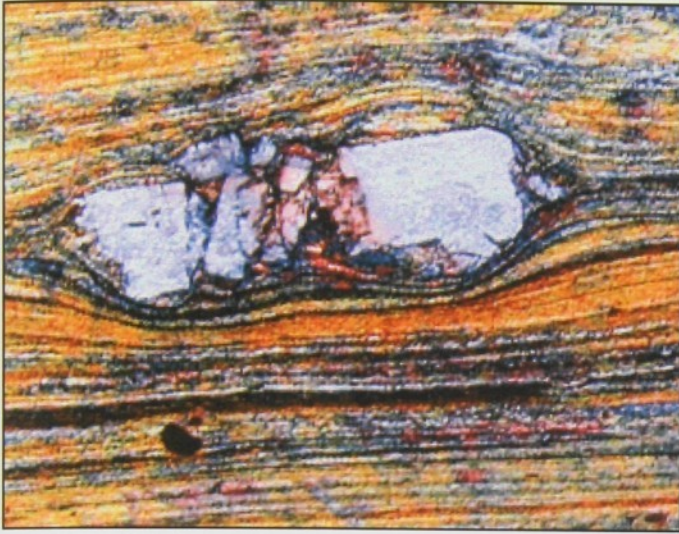
U tyče ϕ 30 mm ze slitiny AlZn6MgCu bylo zjištěno velké množství částic o velikosti 40 – 60 μm , které byly v některých případech rozpadlé na několik menších částí nebo byly popraskané v důsledku tváření. Slitina AlZn6MgCu má následující chemické složení : Si 0,30 %, Fe 0,30 %, **Cu 1,50 – 1,90 %** , Mn 0,10 %, **Mg 2,5 – 2,9 %**, **Cr 0,18 – 0,25 %**, **Zn 5,70 – 6,10 %**, Ti 0,06 %, zbytek Al. Nejdříve bylo provedeno barevné leptání roztokem 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH. Struktura tyče po barevném leptání obsahuje hrubé částice samostatně nebo rozpadlé na několik menších částic zbarvené do světle modrého odstínu a hlavně je vykreslen směr tečení materiálu s obtékáním kolem hrubých částic (obr. 41, 42). EDX analýza

hrubých částic ukazuje na to, že se jedná o částice na bázi Cr (obr. 44), které pocházejí nejpravděpodobněji z nedostatečně rozpuštěné předslitiny AlCr_4 , která se používá při legování. Barevné leptání v roztoku sestávajícím z 6 g $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 5 ml HCl , 4 g NH_4FHF , 200 ml destilované vody zvýrazní více samotnou morfologii částic Cr, kde na obrázku 43 jsou patrné trhliny u Cr částice a světle modré zbarvení zůstává zachováno.

U čepu ze slitiny $\text{AlZn}_{7,5}\text{Mg}$ byla provedena ve struktuře identifikace útvaru ve tvaru jehlic nebo desek, které vytvářejí ve většině případů shluky nebo jsou ojedinělé a samostatné (obr. 45, 46). EDX analýza těchto shluků a také předslitiny AlZr_{10} (obr. 47) dokládá, že se jedná o částice na bázi Zr - Al a to fáze typu ZrAl_3 (obr. 48). Z toho vyplývá, že výskyt shluků fází typu ZrAl_3 je z nedostatečně rozpuštěné předslitiny AlZr_{10} . Barevné leptání čepu slitiny $\text{AlZn}_{7,5}\text{Mg}$ roztokem 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH zbarvuje shluky částic ZrAl_3 do modra (obr. 49). To samé použití roztoku u předslitiny AlZr_{10} potvrzuje původ částic ZrAl_3 z předslitiny, kde velké jehlice a desky částic ZrAl_3 se také zbarvují výrazně do modra (obr. 50). Barevné leptání čepu slitiny $\text{AlZn}_{7,5}\text{Mg}$ roztokem z 6 g $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 5 ml HCl , 4 g NH_4FHF , 200 ml destilované vody zbarvuje shluky částic ZrAl_3 do hnědá (obr. 51). To samé použití roztoku u předslitiny AlZr_{10} potvrzuje původ částic z předslitiny, kde velké jehlice a desky částic ZrAl_3 se také zbarvují výrazně do hnědá (obr. 52).

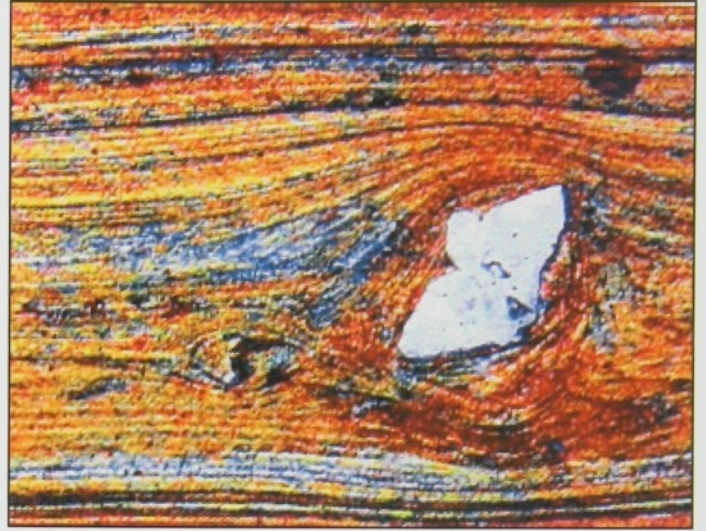
Na obrázku 53 je struktura nemodifikovaného podeutektického siluminu $\text{AlSi}_{10}\text{FeMg}$, kde jsou ve struktuře patrné do modra zbarvené jehlice Si, které jsou rovnoměrně rozloženy v hnědě zbarveném tuhém roztoku α . V oblasti eutektika (jehlice Si + α) je ojedinělé patrný výskyt modře zbarvených nedostatečně rozpuštěných primárních částic Si ve tvaru desek, krychlí nebo jiných geometrických útvarů. Došlo k nedostatečnému rozpuštění křemíku při jeho legování. Slitina má následující chemické složení : **Si 10,612 %**, **Fe 1,0348 %**, Cu 0,1347 % , Mn 0,1643 %, **Mg 0,3479 %**, Cr 0,0053 %, Zn 0,0682 %, Ti 0,0265 %, Pb 0,0199 %, Ni 0,006 %, Sb 0,0099 %, Zr 0,0007 zbytek Al. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu v polarizovaném poli. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben následujícímu leptání v roztoku o složení : 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 30 sekund.

Na obrázku 54 je struktura nemodifikovaného nadeutektického siluminu AlSi_{20} , kde jsou ve struktuře patrné do zelená zbarvené hrubé částice nerozpustných primárních částic Si ve tvaru desek, krychlí nebo jiných geometrických útvarů. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben následujícímu leptání v roztoku o složení : 8 g KMnO_4 + 2 g NaOH + 200 ml dest. vody po dobu 60 sekund (delší doba leptání !).



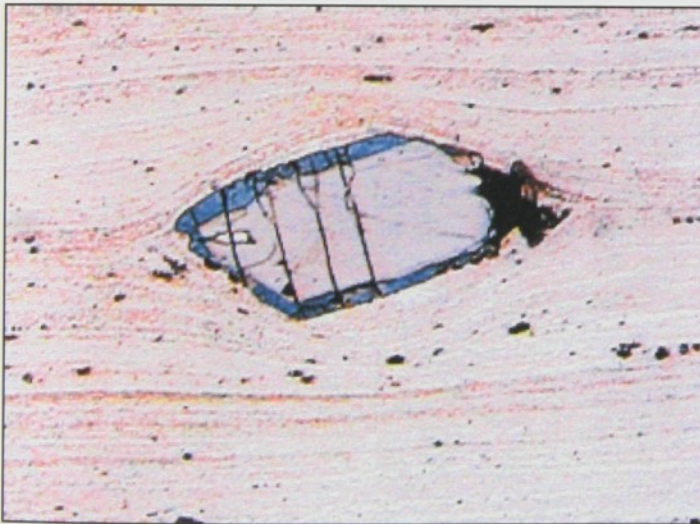
Obr. 41

Zv. 200x



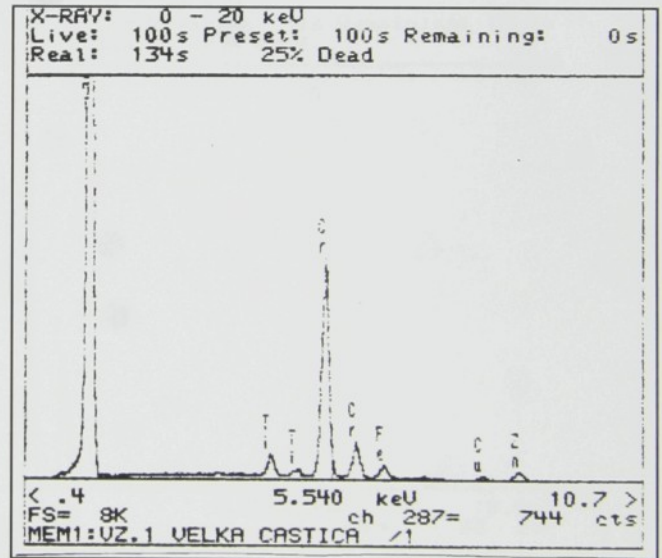
Obr. 42

Zv.200x



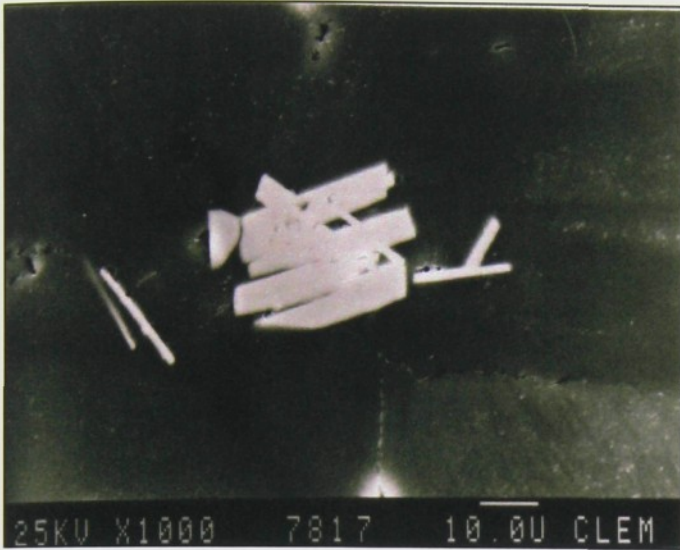
Obr. 43

Zv.200x



Obr. 44

EDX analýza



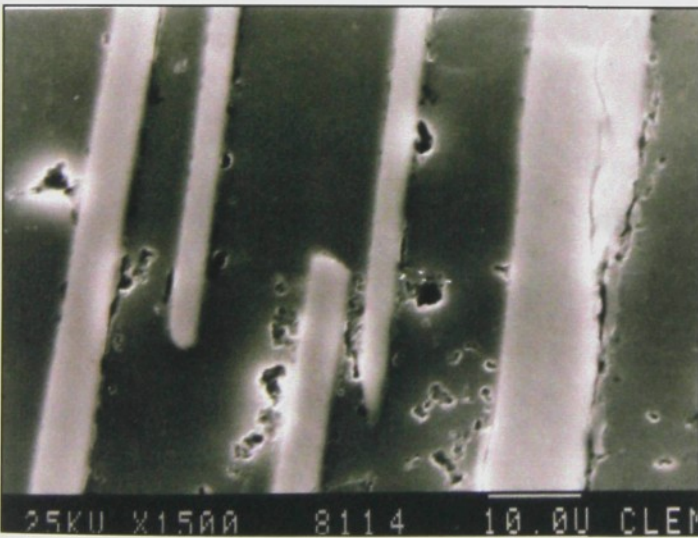
Obr. 45

Zv. 1000x



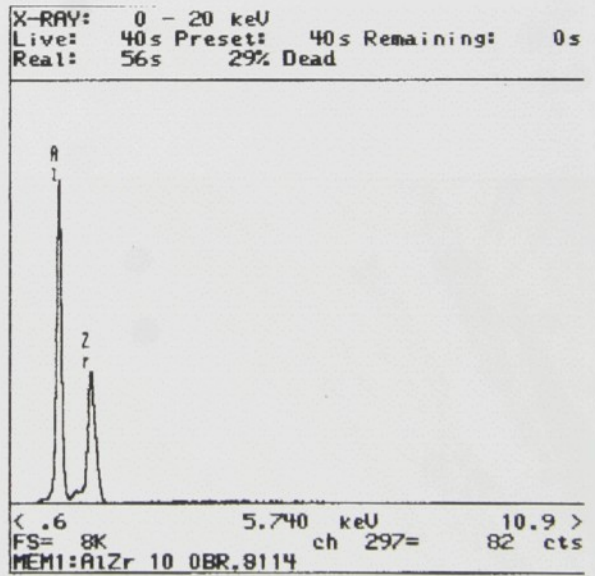
Obr. 46

Zv. 1000x



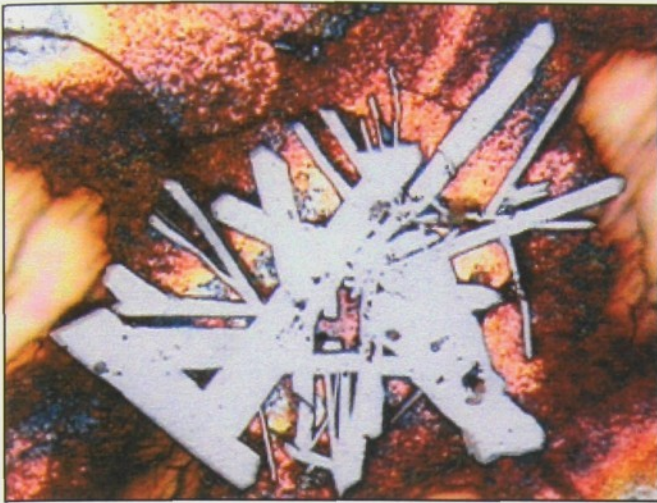
Obr. 47

Zv. 200x



Obr. 48

EDX analýza



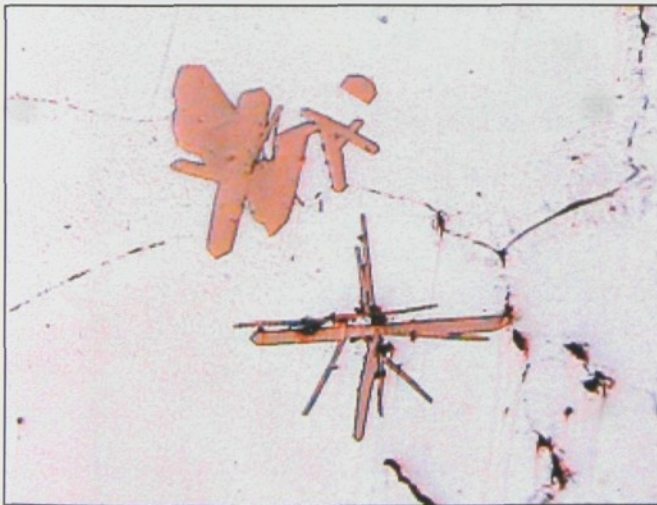
Obr. 49

Zv. 1000x



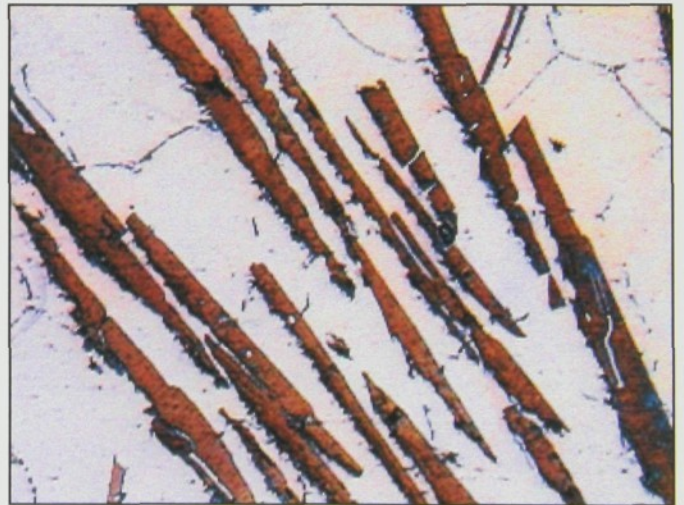
Obr. 50

Zv.220x



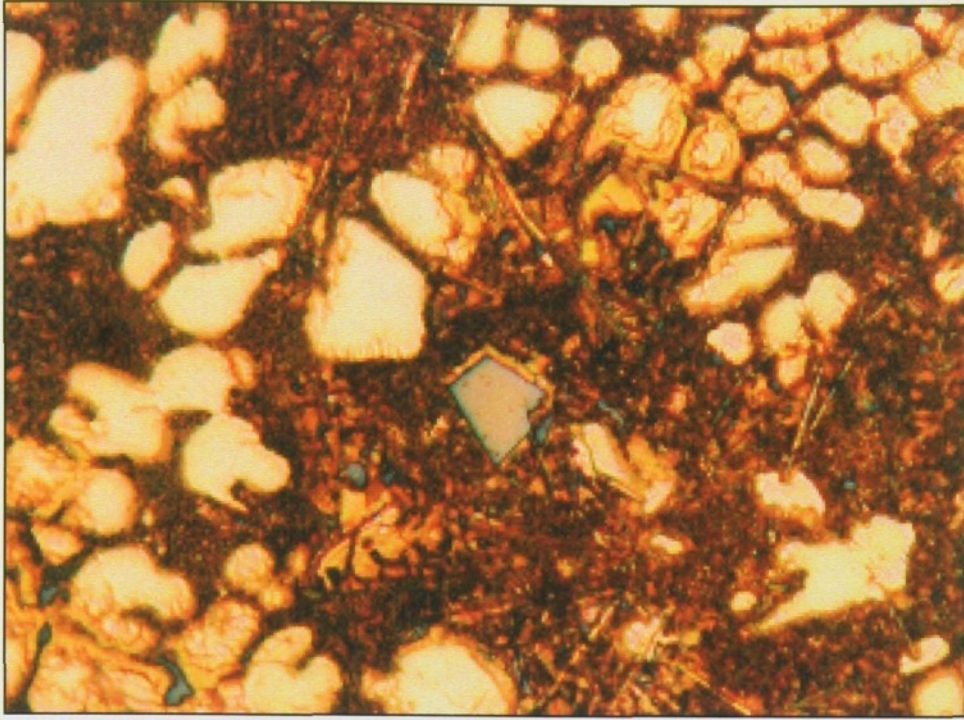
Obr. 51

Zv. 360x



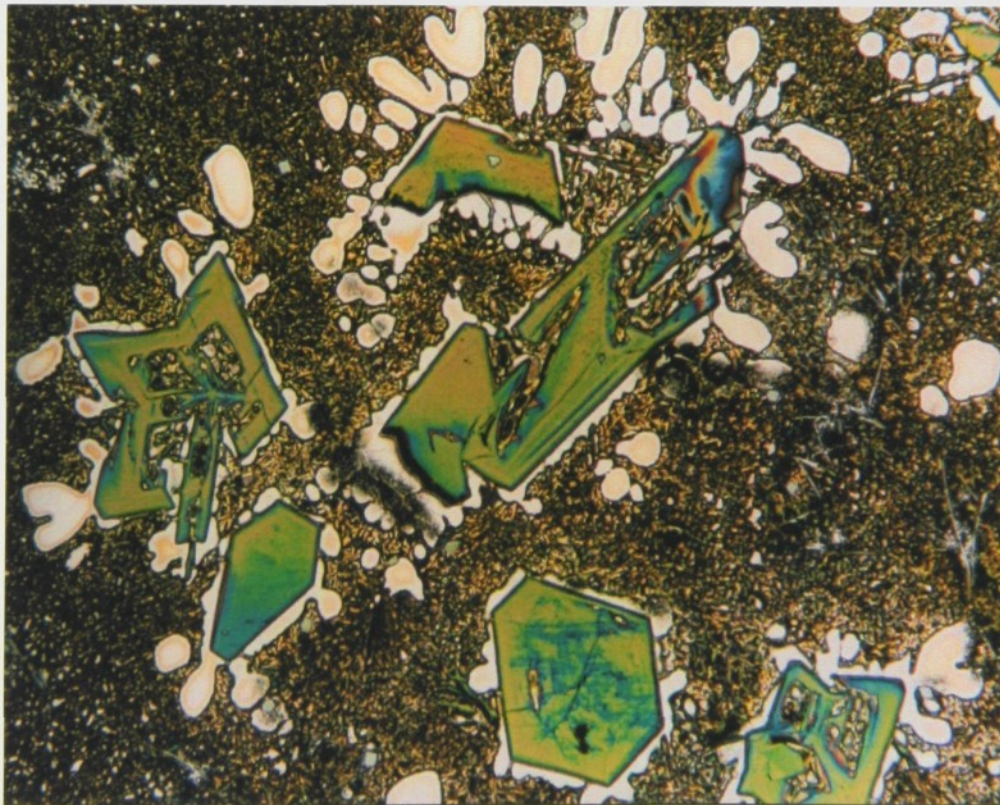
Obr. 52

Zv.220x



Obr. 53

Zv. 500x



Obr. 54

Zv. 500x

3.8 Využití polarizovaného světla při hodnocení rekrystalizace, tvaru a velikosti zrna a při identifikaci intermetalických fází u hliníkových slitin

V současnosti je většina mikroskopů vybavena možností pozorování v polarizovaném světle. Popis funkce polarizovaného světla v optickém mikroskopu je popsán v kapitole 3.3.1 této práce. Vzorky hliníkových slitin pro barevné pozorování v polarizovaném světle se musí před samotným pozorováním na mikroskopu podrobit anodické oxidaci. Cílem metody je získat jemný oxidický povlak na povrchu vzorku, který umožní na světelném optickém mikroskopu v polarizovaném světle barevné pozorování a vyhodnocování.

Podstata metody spočívá v tom, že se provede běžná příprava vzorku mechanickým broušením a leštěním. Místo mechanického leštění je výhodnější provést elektrolytické leštění. Po leštění se vzorek, který slouží jako anoda, vodivě spojí hliníkovým drátem (nesmí se použít žádné materiály na bázi železa). Katoda je plech nebo plochá tyč z čistého hliníku (čistota hliníku min. 99,5 %). Vzorek z hliníku nebo z hliníkové slitiny a také i hliníkový plech se ponoří do roztoku kyseliny borité a kyseliny fluorovodíkové a propojí se se stabilizovaným univerzálním zdrojem (viz obr. 55). Anodická oxidace se provádí při napětí 25 – 30 V (optimum pro hliníkové slitiny) a proudu v rozmezí 0,7 – 4 A (silně závisí na teplotě roztoku). Optimální teplota roztoku se pohybuje v rozmezí 18 – 22 °C. Plocha podrobená anodické oxidaci se opláchne pod tekoucí vodou, alkoholem, ofouká vzduchem a osuší fénem. Takto připravený vzorek umožní barevné pozorování světelným optickým mikroskopem v polarizovaném světle. Schéma zapojení anodické oxidace je na obrázku 55.

Doba leptání pro jednotlivé hliníkové materiály :

- u čistého hliníku (Al 99,99 – 99,0 %) a slitin AlMn1 1-1,5 minuty,
- u slitin typu AlMgSi 0,5 1,5 – 2,0 minuty,
- u slitin typu Al-Cu-Mg a Al-Zn-Mg2,0 – 2,5 minuty,
- u slitin typu Al –Mg2,5 – 3,0 minuty,
- u slitin typu AlMgSi13,0 – 3,5 minuty.

Polarizované světlo při vyhodnocování struktur hliníkových slitin lze využít především v následujících oblastech :

- hodnocení stupně rekrystalizace,
- velikost a tvar rekrystalizovaného a litého zrna,
- vyhodnocování hloubky povrchové hrubozrnné rekrystalizované struktury,
- zvýraznění některých druhů fází.

Příklady jednotlivých oblastí využití barevného kontrastu při vyhodnocování hliníkových struktur v polarizovaném světle jsou na následujících obrázcích :

Obrázek 56 zachycuje rekrystalizovanou strukturu trubky u slitiny AlMg5 s globulitickým tvarem zrna v podélném řezu (ve směru tváření),

Obrázek 57 zachycuje rekrystalizovanou strukturu u tyče ze slitiny AlZn6MgCu1,5 s protáhlým tvarem zrna ve směru tváření v poměru 2 : 1 až 4 : 1,

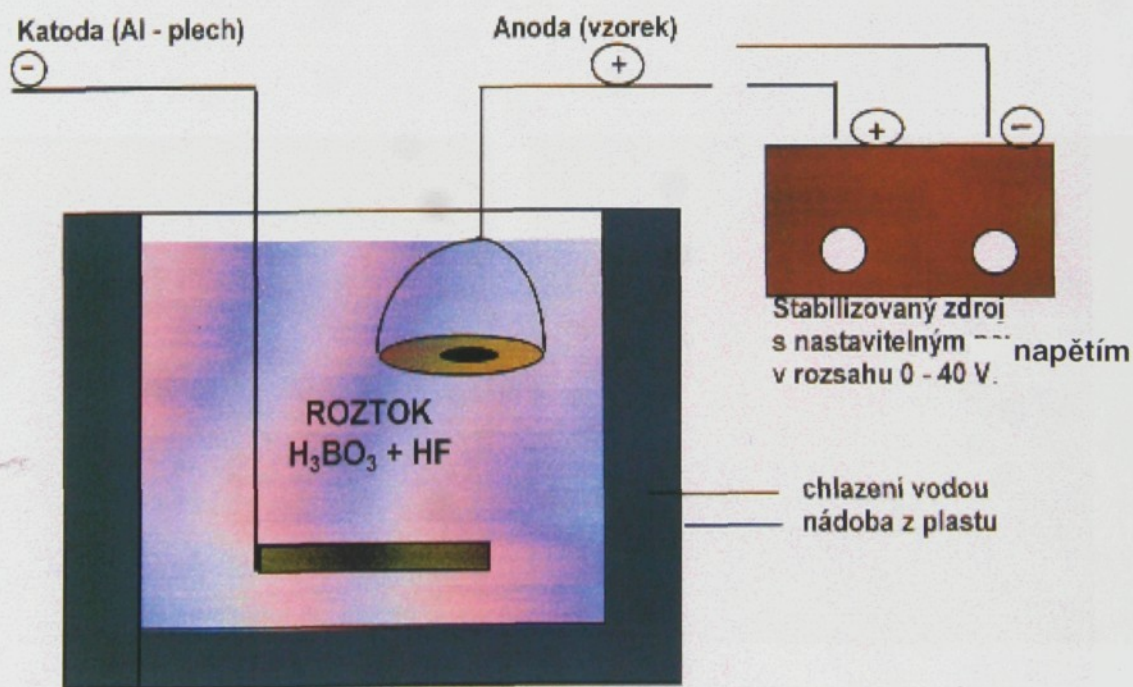
Obrázek 58 zachycuje vláknitou nerekrystalizovanou strukturu u tyče ze slitiny AlMgSi1 v podélném řezu (ve směru tváření). Obrázek 59 zachycuje hrubozrnnou okrajovou vrstvu u tyče v příčném řezu ze slitiny AlZn6MgCu1,5.

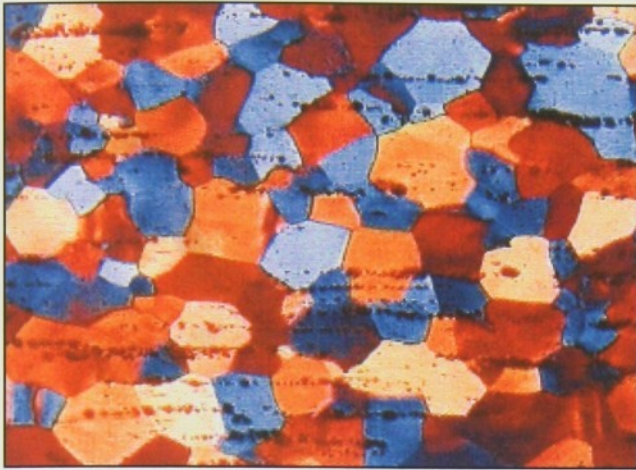
Obrázek 60 zachycuje mikrostrukturu litého zrna globulitického tvaru, nerovnoměrné velikosti s ojedinělým výskytem zrn velikosti 1,2 – 1,4 mm u slitiny AlMgSi0,5 ve středové oblasti čepu.

Obrázek 61 zachycuje mikrostrukturu peříčkovitých (sloupcovitých) zrn u litého materiálu slitiny AlSi11Cu3,5. Peříčkovitá sloupcovitá a nebo eliptická zrna jsou enormně velikostně rozvinutá ve směru odvodu tepla.

Dále je možné použít polarizované světlo při zvýraznění některých druhů fází u některých hliníkových slitin. Příkladem může být drát ze slitiny AlTi5B1, který se používá jako modifikátor pro zjemnění zrna, kde fáze $TiAl_3$ v polarizovaném světle se zbarví do tmavě fialová (obrázek 62). EDX analýza tmavě fialově zbarvených částic dokládá, že se jedná o intermetalické fáze typu $TiAl_3$ (obrázek 63).

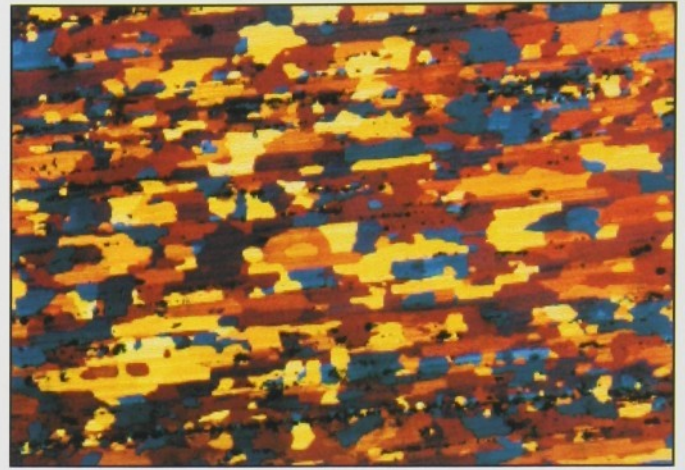
Obr. 55 Popis a schéma zapojení anodické oxidace :





Obr. 56

Zv. 100x



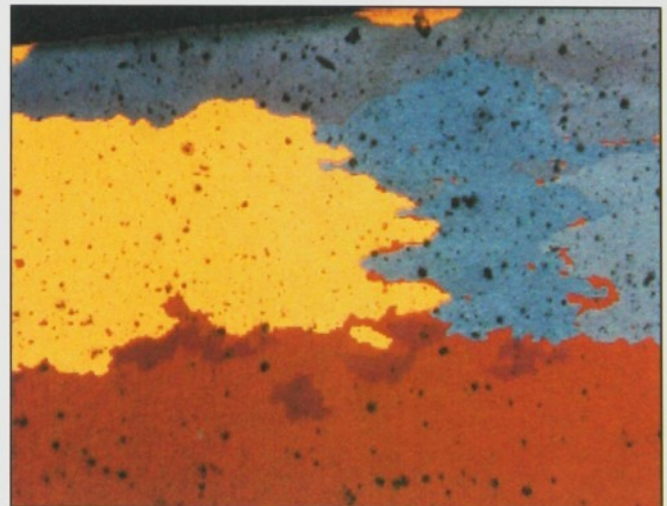
Obr. 57

Zv.100x



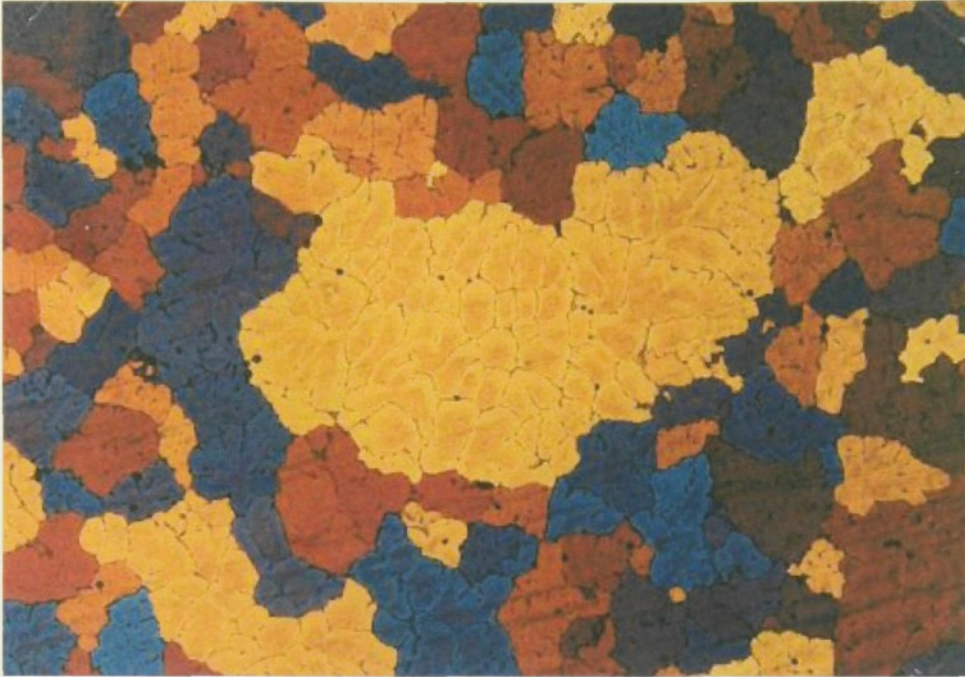
Obr. 58

Zv. 100x



Obr. 59

Zv.100x



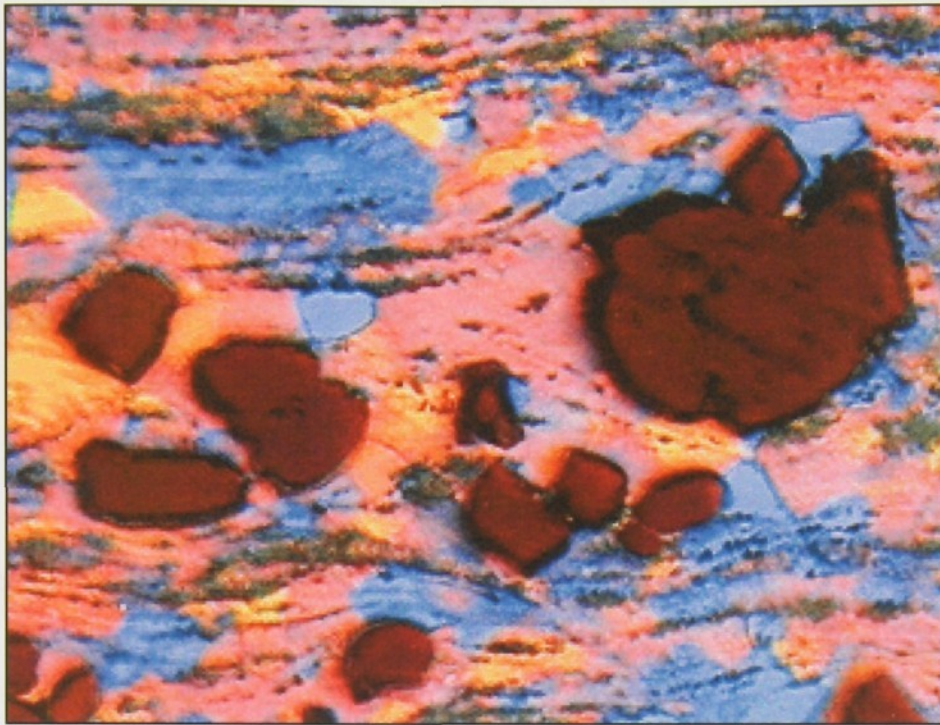
Obr. 60

Zv. 50x



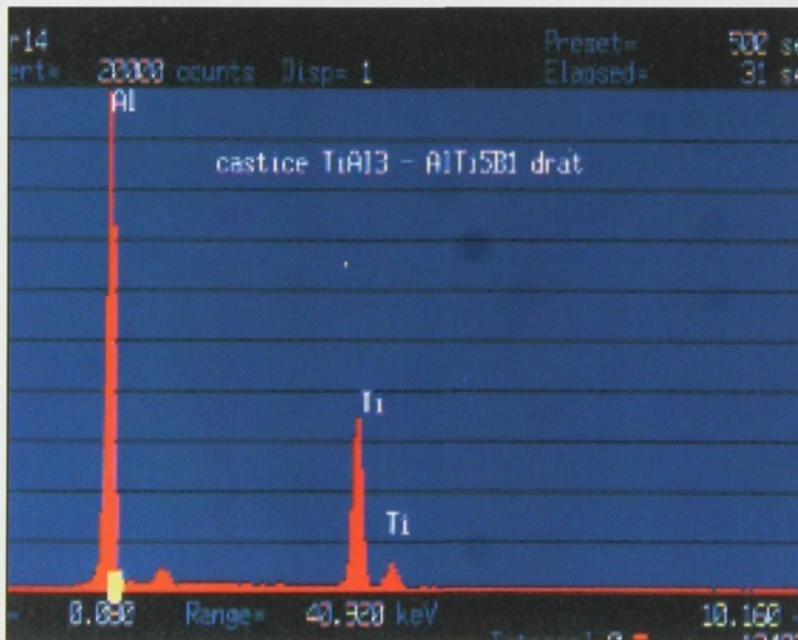
Obr. 61

Zv. 150x



Obr. 62

Zv. 500x



Obr. 63

EDX analýza

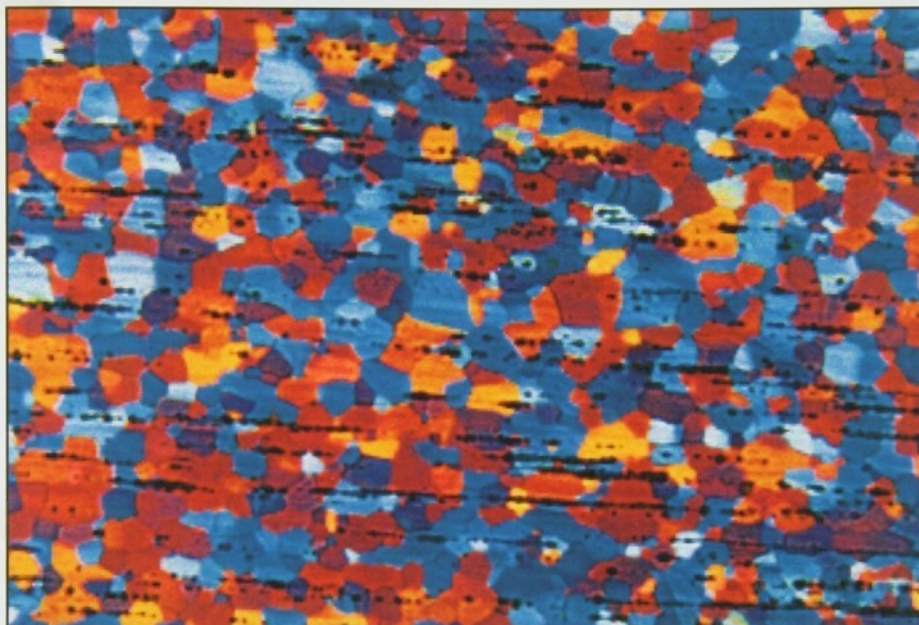
3.9 Použití barevného leptání u hliníkových slitin s možností kombinace osvětlení vzorků při pozorování na optickém mikroskopu

Cílem této kapitoly je hlavně poukázat na velké možnosti barevného leptání u různých typů hliníkových slitin s využitím možností optického mikroskopu v kombinaci s různými způsoby osvětlení vzorku. Využití různých druhů leptacích roztoků s různou kombinací osvětlení (polarizované světlo, Nomarského kontrast atd.) připraveného vzorku jsou ukázky barevných struktur, které poukazují na možnosti rozšíření vypovídajících schopností barevného leptání. V této části práce je poukázáno na možnosti využití polarizovaného světla s použitím a bez použití „zásuvného kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu“, z prostoru zásuvného polarizátoru. Také je poukázáno na možnost využití Nomarského kontrastu. V mnoha případech umožňují identifikovat jednotlivé složky struktury (intermetalické fáze, karbidické částice, křemík, vměstky atd.) bez opětovné nutnosti EDX analýzy.

Předmětem práce bylo získání barevného kontrastu pro strukturální šetření u následujících slitin :

- a. slitina AlMg5 – získání struktury rekrystalizovaného zrna
 - b. slitina AlSi12 – celková struktura s identifikací přítomnosti Si
- a. **Slitina AlMg5** – jedná se o materiál tvářené trubky po rekrystalizačním žíhání. Vzorek z trubky byl mechanicky broušen, elektrolyticky leštěn a následně podroben anodické oxidaci v roztoku kyseliny borité (H_3BO_3) a kyseliny fluorovodíkové (HF) po dobu 2,5 minuty. Vzorek, podrobený anodické oxidaci, byl pozorován v polarizovaném světle při 100 násobném zvětšení. Výsledkem je, jak je patrné na obrázku 64, barevná struktura jemného, rovnoměrného, globulitického zrna. Přičemž stejné barevné zbarvení zrn dokládá stejnou orientaci a je proto možné identifikovat převládající orientaci zrna na základě převládajícího stejného zbarvení. V případě, kdy převládá jedna přednostní orientace zrn, v tomto případě modré zbarvení zrn, lze v některých případech těžko rozlišit hranice dvou zrn vedle sebe stejného zbarvení. Zlepšení rozlišení hranic jednotlivých zrn lze dosáhnout vysunutím „zásuvného kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu“, z prostoru zásuvného polarizátoru, což je dokumentováno na obrázku 65, kde v porovnání s obrázkem 62 je patrné lepší rozlišení hranic jednotlivých zrn. Samozřejmě, že odstraněním červené barvy dochází ke změně zbarvení jednotlivých zrn z modro – červené – fialového (obr. 64) na hnědo – modro – bílé zbarvení (obr. 65).
 - b. **Slitina AlSi12** – jedná se o předslitinu v litém stavu k dalšímu upotřebení ve výrobě. Slitina má následující chemické složení : **Si 11,17 %**, Fe 0,65 %, Cu 0,564 % , Mn 0,229 %, Mg 0,25 %, Zn 0,30 %, Ti 0,031 %, Pb 0,06 %, Na 0,008 % zbytek Al. Vzorek byl mechanicky broušen, leštěn, předleptán v 10 – ti % H_3PO_4 po dobu 10 minut a následně bylo provedeno barevné leptání v roztoku 8g $KMnO_4$, 2g KOH a 200 ml destilované vody po dobu 1 minuty. Takto připravený vzorek v polarizovaném světle s použitím Nomarského kontrastu, jak je patrné na obrázku 66, vykazuje strukturu nemodifikovaného eutektického siluminu s krásně do tmavomodra zbarvenými částicemi křemíků ve tvaru jehlic nebo desek a jednu větší do modra zbarvenou částici nerozpuštěného křemíku

ve tvaru krychle. Pozadí tvoří tuhý roztok α , kde jeho modro – hnědé zbarvení dokládá chemickou nehomogenitu jeho složení. Vysunutím „zásuvného kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu“ z prostoru zásuvného polarizátoru (u polarizovaného světla) a s použitím Nomarského kontrastu, což je dokumentováno na obrázku 67, dosáhneme šedého zbarvení částic křemíku na světle až tmavě hnědém pozadí. V obou případech využití Nomarského kontrastu umožní i při určité nerovnosti povrchu vzorku způsobené leptáním ostrý a částečně plastický obraz.



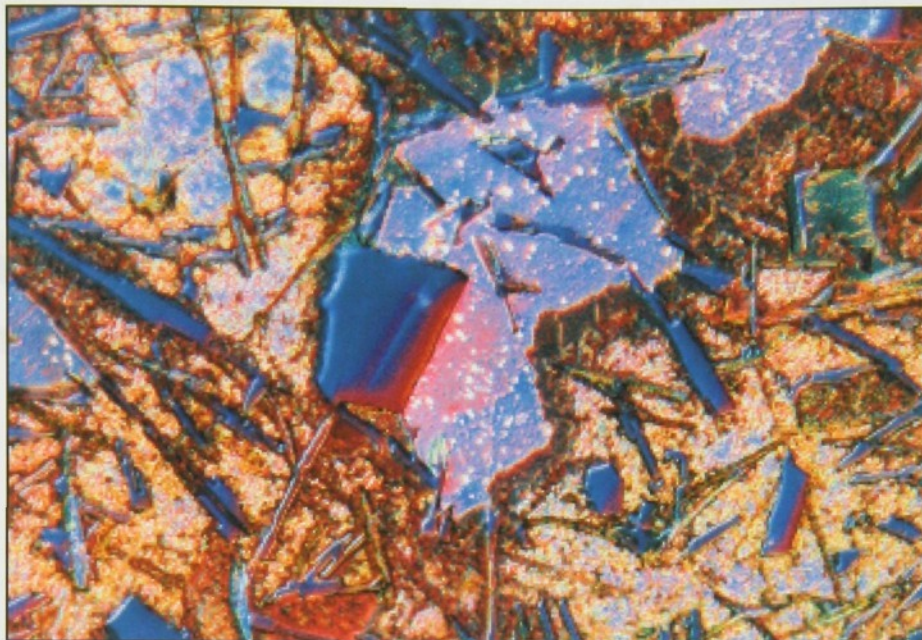
Obr. 64

Zv. 100x



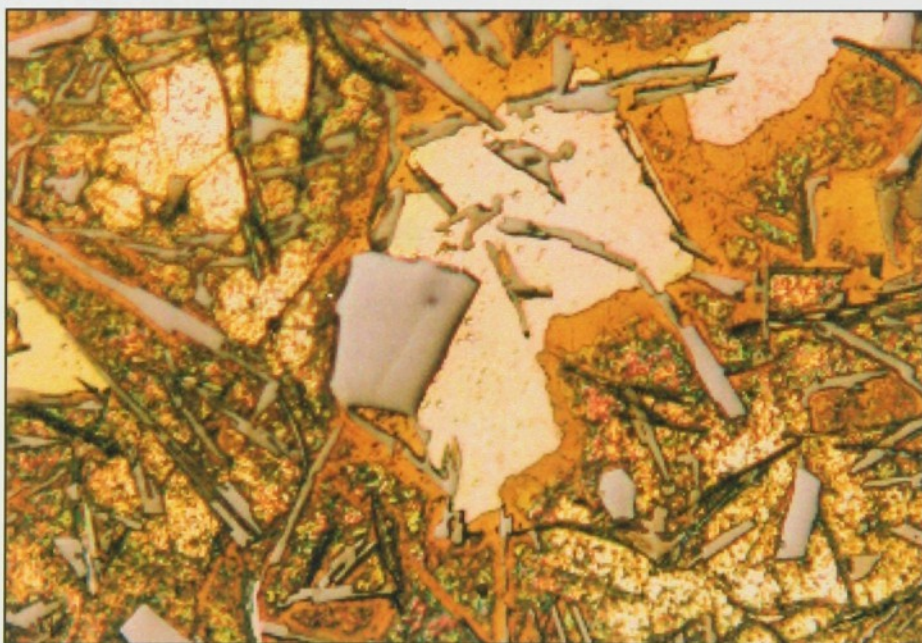
Obr. 65

Zv. 100x



Obr. 66

Zv. 500x



Obr. 67

Zv. 500x

3.10 Struktura a mikrosegregace slitiny AlCu4PbMgMn v litém stavu

Mikrosegregace u povrchu čepů, ke které dochází v procesu krystalizace při polokontinuálním odlévání čepů, je důsledkem heterogenního rozložení legujících prvků. Výrazně ovlivňuje mechanické a korozní vlastnosti litého stavu. Znalost o ní je důležitá jak pro proces krystalizace, tak i pro následující tepelné zpracování s cílem dosáhnout optimální materiálové vlastnosti. Velké množství experimentálních (např. [21, 21, 35, 36, 37, 57]) a teoretických prací bylo realizováno pro výzkum mikrostruktury a mikrosegregace binárních slitin. Na druhé straně pro větší množství komerčních slitin, i když ne všechny jsou polykomponentní, pouze málo experimentálních prací bylo provedeno pro studium mikrosegregace se zaměřením na redistribuci legujících prvků v litém stavu, např. [27, 28, 29, 32, 43].

Prezentovaná práce je zaměřena na studium struktury a mikrosegregace u slitiny AlCu4PbMgMn v litém stavu. Intermetalické fáze, které vznikají v procesu krystalizace byly identifikovány použitím EDX analýz.

Materiál, dosažené výsledky a jejich analýza

Chemické složení čepu v litém stavu je uvedeno v tabulce č. 6.

Tabulka č. 6 Obsah prvků [hmot. %]

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ni	Pb	Bi	Be	Ca	Na
0,75	0,524	3,845	0,614	0,639	0,049	0,225	0,017	0,012	1,153	0,063	-	-	-
Sb	Zr	Ag	B	Cd	Co	Ga	Li	P	Sn	Sr	V	Al	
0,020	0,002	-	-	-	-	0,008	-	-	0,016	-	0,002	92,02	

Vzhled struktury aplikací barevného kontrastu v litém stavu je dokumentován na obrázcích 68 až 71. Barevný kontrast jsme získali pomocí leptání v roztoku $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$. Tato metoda umožňuje mimo jiné i na kvalitativně vyšší úrovni pozorovat a dokumentovat jak intermetalické fáze, tak i heterogenitu chemického složení v rámci dendritických buněk. Na obrázcích 68 a 69 jsou viditelné ve struktuře, touto technikou barevně odlišné, intermetalické částice dvojího zbarvení (modré a hnědé). Realizované statistické EDX analýzy ukázaly, že je možné mluvit o 3 typech intermetalických částic přítomných ve struktuře.

1. Částice, kterých zjištěné chemické složení EDX analýzami je reprezentováno relativně nižším obsahem Fe.
2. Částice, které mají vysoký obsah Fe.
3. Částice s vysokým obsahem Pb.

Reprezentační EDX analýzy pro částice prvního a druhého typu jsou v tabulce č.7.

Tabulka č. 7 EDX analýzy částic [hmot. %]

Částice	Al	Cu	Mn	Fe	Si	Cr
1 - hnědá	56,0	5,9	12,3	16,9	8,1	0,8
2 - hnědá	56,5	5,5	12,7	16,5	7,9	0,8
3 - modrá	54,0	8,1	10,2	20,1	7,5	0,2
4 - modrá	54,1	10,0	7,8	21,1	7,0	0,2

I když EDX analýzy nejsou z hlediska jejich principu absolutně přesné při identifikaci chemického složení, je možné předpokládat, že se jedná o intermetalické částice, kterých stechiometrický poměr odpovídá pro hnědé částice $(\text{FeMnSi})_4\text{CuAl}_8$ a pro modré $(\text{CuMn})\text{Al}_{14}\text{Fe}_2\text{Si}_2$. Pro tento systém se uvádí [20] existence těchto možných intermetalických fází $(\text{CuFeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$, CuFeAl_7 , nebo $(\text{CuFe})\text{Al}_6$. Jejich přítomnost při námi realizovaných analýzách nebyla potvrzena.

Pro technologii tepelného zpracování jsou důležité informace týkající se povrchové obohacené vrstvy. Na základě jejího složení je potřeba zvážit příslušné časové výdrže na teplotě pro zabezpečení difúzních procesů legujících prvků. Reprezentační EDX analýzy povrchové, mikroskopicky viditelné obohacené vrstvy, obrázek 68, podpovrchové vrstvy, jako i základních prvků z kvantitativní chemické analýzy čepu jsou uvedeny v tabulce č. 8.

Tabulka č. 8 EDX analýzy obohacené a podpovrchové vrstvy [hmot. %]

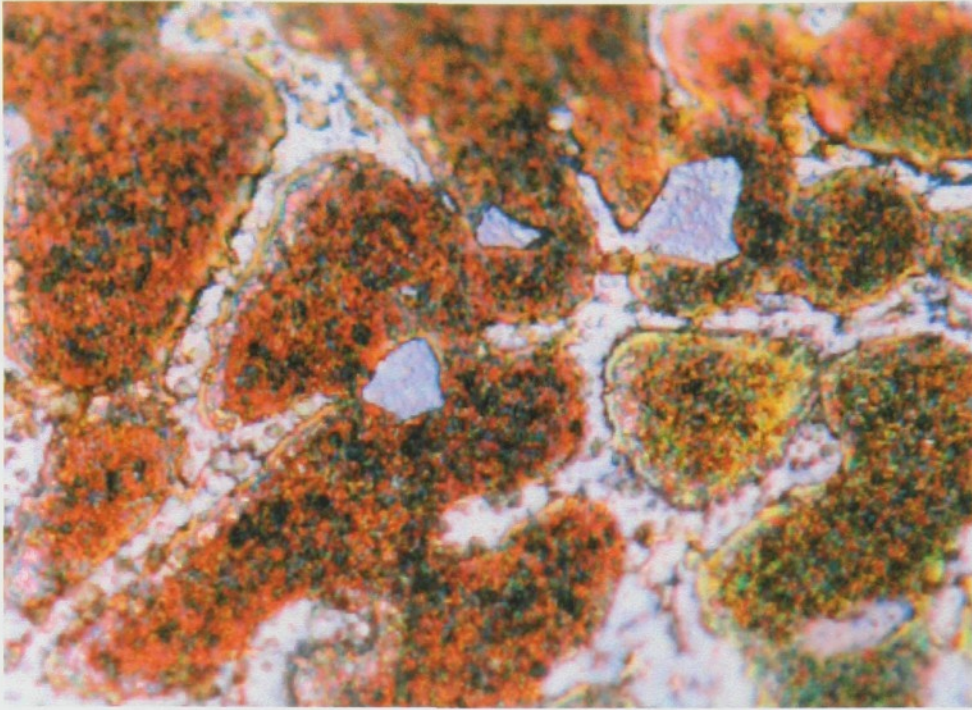
Místo	Al	Cu	Mn	Fe	Si	Mg	Zn
Vrstva	75,4	15,1	4,4	0,1	2,6	1,6	0,7
Podpovrch.	84,3	6,2	6,1	0,9	1,3	0,7	0,5
Kvant. čep	92,02	3,84	0,16	0,52	0,75	0,63	0,22

Při porovnání hodnoty reprezentační EDX analýzy vrstvy s kvantitativní chemickou analýzou čepu je zřejmé, že tato vrstva je výrazně obohacená především z hlediska precipitačního zpevnění důležitými prvky Cu, Mg. V případě Cu je možné mluvit o přibližně 4-násobném obohacení povrchové vrstvy, u Mg toto představuje cca 2,5-násobné obohacení.

Identifikace rozložení a morfologie částic Pb byla realizována na SEM. Bylo zjištěno, že tyto částice se vyznačují výrazným barevným kontrastem - bílé částice. Jejich tvar v litém stavu je globulitický, nebo blízko globulitický, čím z hlediska strukturálního je splněna podmínka pro dobrou mechanickou obrobitelnost této slitiny.

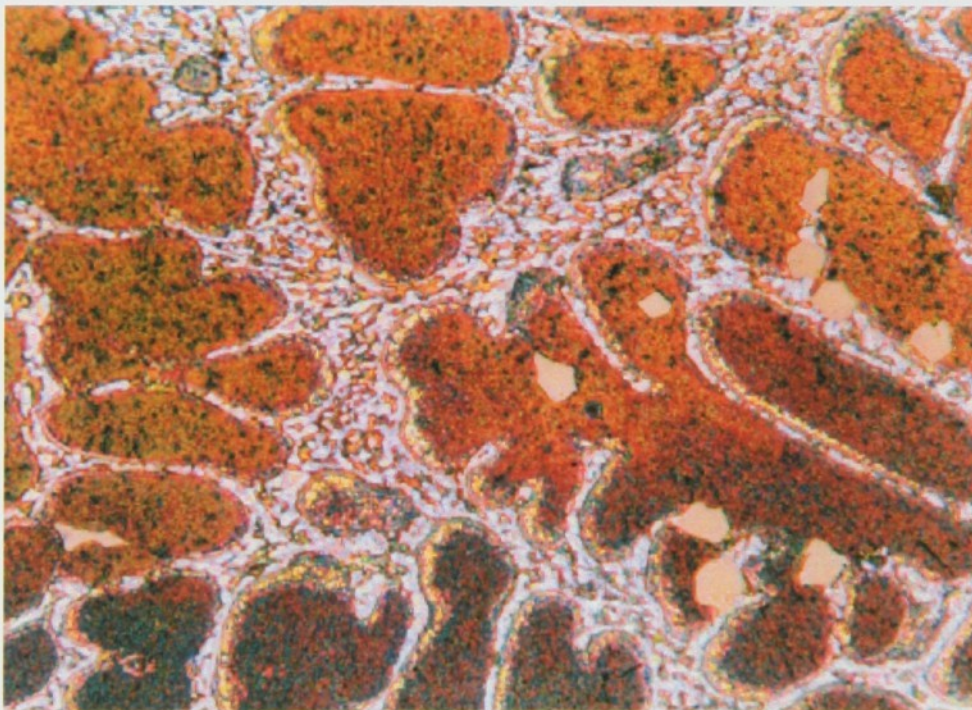
Závěr k bodu 4.10

1. Aplikací barevné metalografie je možné barevně rozlišit a identifikovat přítomnost jednotlivých intermetalických částic s rozdílným chemickým složením.
2. Povrchově obohacená vrstva u polokontinuálně odlévaných čepů je silně dotovaná prvky důležitými z hlediska precipitačního zpevnění. Tuto skutečnost z hlediska zabezpečení difúzních procesů je potřeba zohlednit při tepelném zpracování tohoto materiálu.
3. Pb vytváří samostatnou fázi globulitické, resp. blízko globulitické morfologie, kterou je možno na základě výrazného kontrastu dobře identifikovat při pozorování struktury pomocí SEM (Obr. 71).



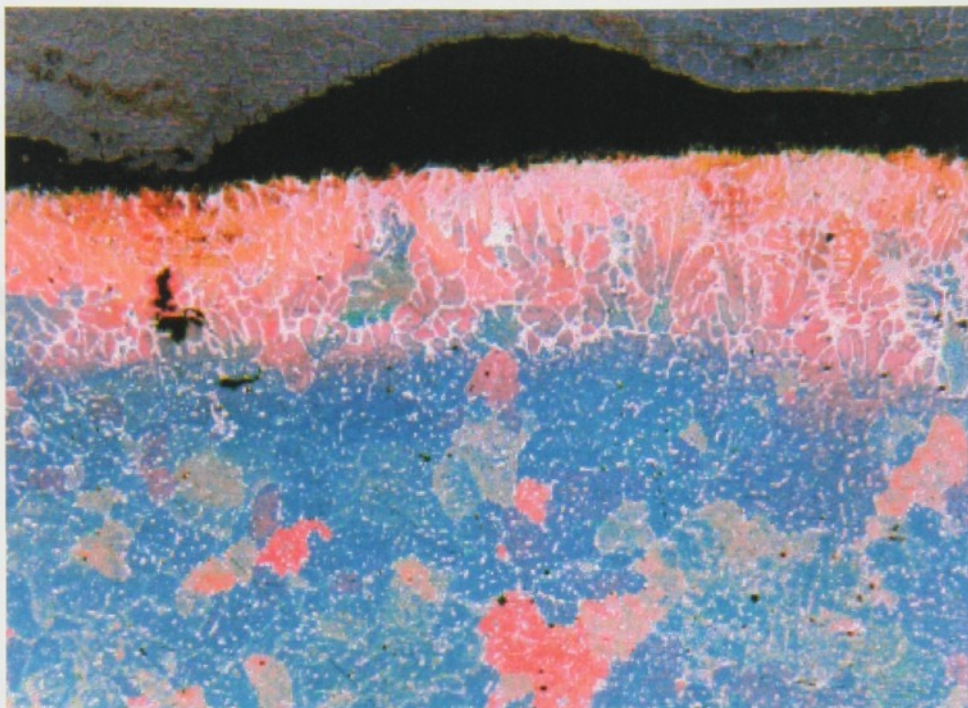
Obrázek č. 68

Zv. 1000x



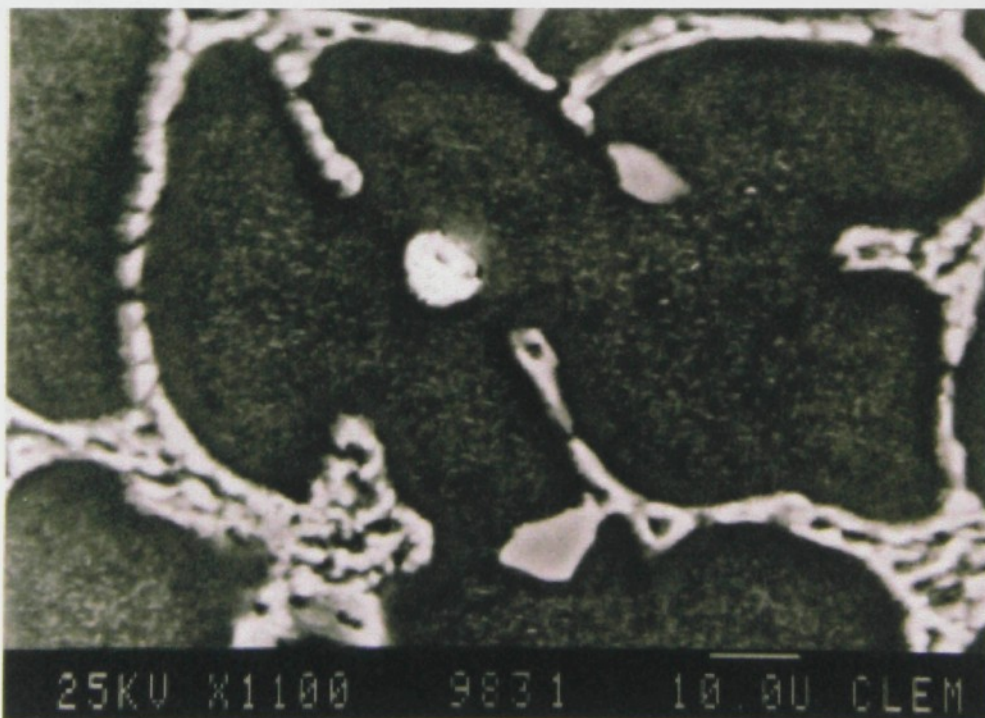
Obrázek č. 69

Zv. 500x



Obrázek č. 70

Zv. 50x



Obrázek č. 71

Zv. 1100x

3.11. Nové poznatky o struktuře slitiny AlSi12CuMgNi (AA 4032)

Slitina AlSi12CuMgNi patří do skupiny slévárenských slitin na bázi Al – Si, která má složení v oblasti eutektického bodu (11,3 %). Jedná se tedy o eutektický silumin a slitiny na bázi Al – Si patří k nejstarším a v současné době vzhledem ke svým vlastnostem i k nejrozšířenějším hliníkovým slévárenským slitinám. Jejich využití je především v oblasti dopravních prostředků, kde první místo zaujímá automobilový průmysl. V posledním období se původem slévárenská slitina dostala i do výrobního programu slitin pro tvářeni a z výše uvedené slitiny se ve společnosti Alcan Děčín Extrusions s.r.o. vyrábí tyče pro další využití v automobilovém průmyslu. Dále se z dané slitiny vyrábějí například pisty do spalovacích motorů, které odolávají zvýšením teplotám do 275 °C. Z hlediska chemického složení se jedná o složitou polykomponentní soustavu s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami, kde hlavně Fe, Mn, Ti a Zn mohou mít vliv na tvorbu různých intermetalických sloučenin. Cílem této práce bylo proto identifikovat jednotlivé strukturální složky u této mnohosložkové slitiny pomocí barevné metalografie, provést jejich chemické složení a porovnat je s teoretickými poznatky o výskytu intermetalických sloučenin u dané slitiny.

Teoretický rozbor výskytu jednotlivých intermetalických sloučenin u slitiny AlSi12CuMgNi

Dle teoretických poznatků uvedených v [1] jsou u slitiny AlSi12CuMgNi (AA 4032) v rovnovážném stavu v matici α fáze přítomné tyto intermetalické sloučeniny: Al_5SiFe , $\text{Al}_8\text{Si}_6\text{Mg}_3\text{Fe}$, $\text{W}(\text{Al}_4\text{CuMg}_5\text{Si}_4)$, $\text{T}_{\text{Ni}}(\text{Al}_6\text{Cu}_3\text{Ni})$, $\epsilon(\text{NiAl}_3)$, $\delta(\text{Al}_3\text{Ni}_2)$ a CuAl_2 . Ve fázi $\delta(\text{Al}_3\text{Ni}_2)$ se rozpouští Cu. Protože v této technické slitině se nachází jako nečistota také Fe dochází i ke vzniku intermetalické fáze $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, která při teplotě 530 °C je schopna rozpustit do 6,8 % Ni. V ternárním systému Al – Cu – Ni dochází k následující eutektické reakci s vytvořením ternárního eutektika:



Z hlediska posouzení výsledků EDX analýz a s přihlédnutím na strukturu získanou barevným leptáním je důležité poznat chemické složení přítomných strukturálních složek této slitiny, tak jak jsou uvedeny v teorii. V následující tabulce č. 9 je to přehledně uvedené.

Tabulka č. 9 : Chemické složení přítomných strukturálních složek u slitiny AlSi12CuMgNi podle literárních zdrojů.

Intermetalická sloučenina / prvek	Hmotnostní % jednotlivých prvků						
	Al	Si	Fe	Mg	Cu	Ni	Zn
Al_5SiFe	61,7	12,8	25,5	-	-	-	-
$\text{Al}_8\text{Si}_6\text{Mg}_3\text{Fe}$	42,1	32,8	10,9	14,2	-	-	-
$\text{W}(\text{Al}_4\text{CuMg}_5\text{Si}_4)$	26,7	27,6	-	30,0	15,7	-	-
$\text{T}_{\text{Ni}}(\text{Al}_6\text{Cu}_3\text{Ni})$	39,4	-	-	-	46,3	14,3	-
$\epsilon(\text{NiAl}_3)$	58,0	-	-	-	-	42,0	-
$\delta(\text{Al}_3\text{Ni}_2)$	40,9	-	-	-	-	59,1	-
$\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$	50,8	-	15,0	-	34,2	-	-
CuAl_2	46,0	-	-	-	54,0	-	-

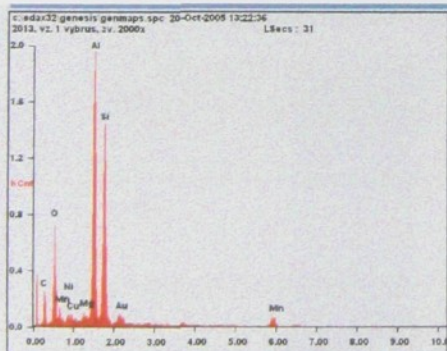
Prezentované známé literární poznatky jsou staršího data, kdy ještě EDX analýzy nebyly realizované pro určení fázové stavby slitin. Analyzovaná polykomponentní slitina představuje systém s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami (Fe, Mn, Ti, Zn). Písemné informace o stavbě takového strukturálního systému nejsou k dispozici. Proto zjištěné výsledky je možné považovat za průkopnické z hlediska identifikace jednotlivých strukturálních složek s použitím jak barevné metalografie, tak i EDX analýz.

Barevná identifikace a EDX analýzy jednotlivých intermetalických sloučenin u slitiny AlSi12CuMgNi

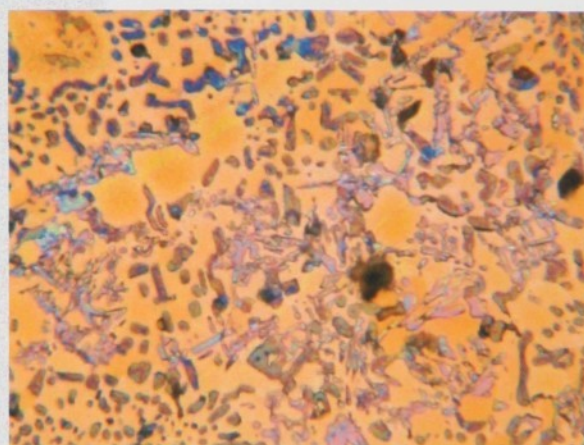
Pro identifikaci jednotlivých strukturálních složek u slitiny AlSi12CuMgNi byl použit materiál vyrobený v Alcan Děčín Extrusions, s.r.o. s následujícím chemickým složením: Si – 11,92 %, Cu – 0,991 %, Mg – 1,055 %, Ni – 0,736 %, Fe – 0,21 %, Mn – 0,039 %, Zn – 0,01 %, Ti – 0,014 %, Pb – 0,0129 %, Cr – 0,003 %, Bi – 0,007 %, zbytek Al. Vzorky pro barevnou identifikaci byly mechanicky broušeny a leštěny s leptáním v 10 % H₃PO₄ po dobu 5 minut. Následovalo barevné leptání v roztoku 8 g KMnO₄ + 2 g NaOH po dobu cca 30 sekund. Takto připravené vzorky byly pozorovány v polarizovaném světle, byly zadokumentované jednotlivé strukturální složky a následně provedené EDX analýzy.

Jednotlivé strukturální složky, které se při barevné metalografii různě barevně projevovaly, byly z důvodu jejich přesné identifikace v SEM mikroskopu ohraničeny pomocí vpichu mikrotvrdoměrem. Pro identifikaci chemického složení, jakož i pro získání potřebného kontaktu v EDX analyzátoru, byly všechny vzorky napařené Au. Z každé v dalším uvedené oblasti bylo realizováno 10 EDX analýz a reprezentativní výsledky jsou uvedeny u každé jednotlivé strukturální složky v tabulce.

a. Kostrovité útvary – jedná se o rozvětvené kostrovité útvary intermetalických sloučenin světle modrého zbarvení.



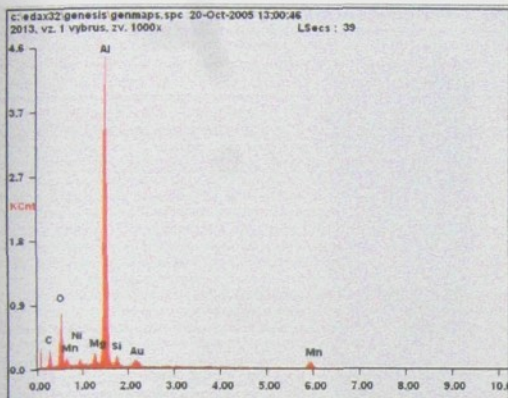
Element	Wt%	At%
NiL	03.10	01.59
CuL	01.94	00.92
MgK	01.09	01.35
AlK	40.10	44.67
SiK	42.17	45.13
MnK	11.60	06.35



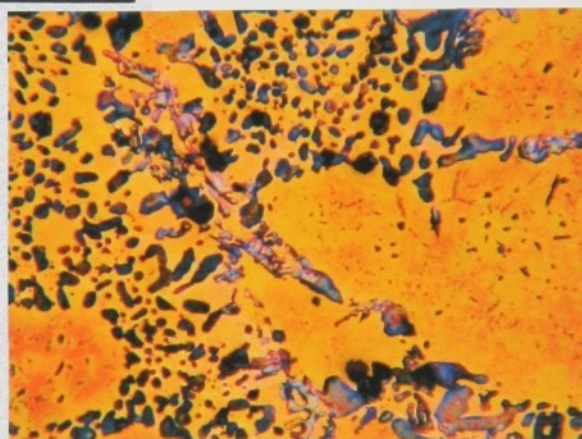
Kostrovité útvary světlého modrého zbarvení intermetalických sloučenin po barevném leptání .
Zv. 500x

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že kostrovité útvary představuje intermetalická fáze Al_7Si_7Mn s malým obsahem prvků Ni, Mg a Cu. Překvapující je obsah Mn v této intermetalické fázi, kterého je ve slitině jen 0,039 % a je proto předpoklad, že se kumuluje při tvorbě této intermetalické fáze.

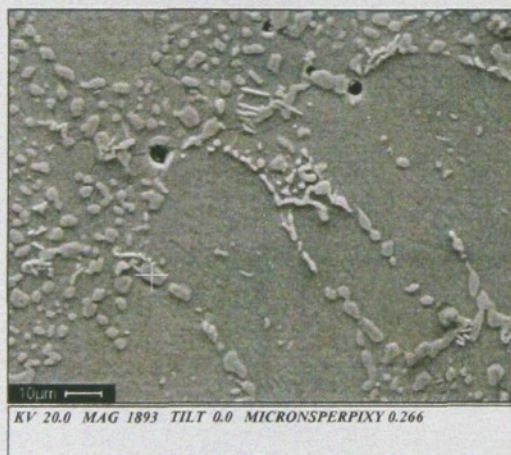
b. Černé částice – jedná se o nepravidelné částice černého zbarvení různé velikosti cca 5 – 20 μm



Element	Wt%	At%
NiL	02.55	01.27
MgK	03.47	04.18
AlK	75.67	82.18
SiK	05.10	05.33
MnK	13.21	07.04



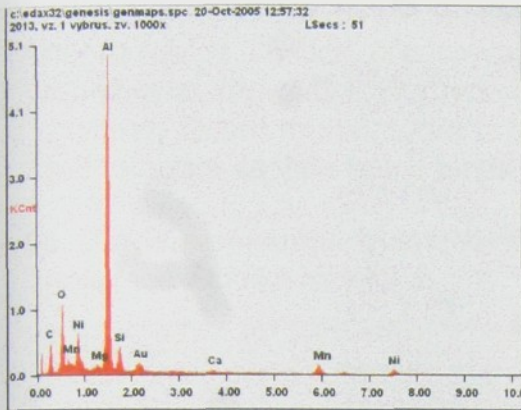
Černé částice nepravidelného tvaru po barevném leptání .
Zv. 500x



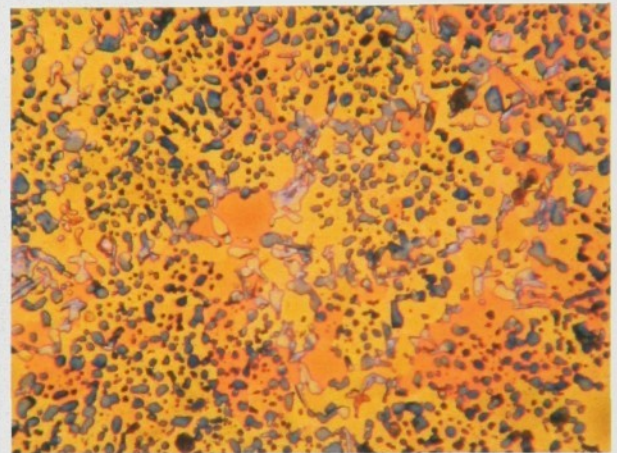
Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že černé nepravidelné částice představují intermetalickou fázi $Al_{12}MnSiMg$ dotovanou malým množstvím Ni.

c. Tmavomodré částice – jedná se o nepravidelné částice tmavomodrého zbarvení různé velikosti cca 5 – 30 μm .

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že tmavomodré nepravidelné částice představují intermetalickou fázi $Al_{10}SiNiMn$ dotovanou malým množstvím Mg a Cu.

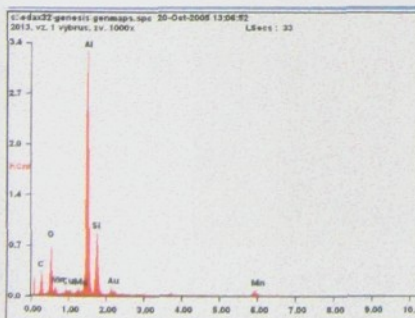


Element	Wt%	At%
MgK	01.01	01.30
AlK	64.37	74.77
SiK	08.08	09.02
CaK	01.22	00.95
MnK	12.03	06.86
NiK	13.29	07.09



Tmavomodré a světlemodré částice nepravidelného tvaru po barevném leptání .
Zv. 500x

d. Světlemodré částice – jedná se o nepravidelné částice světlomodrého zbarvení různé velikosti cca 5 – 30 μm.

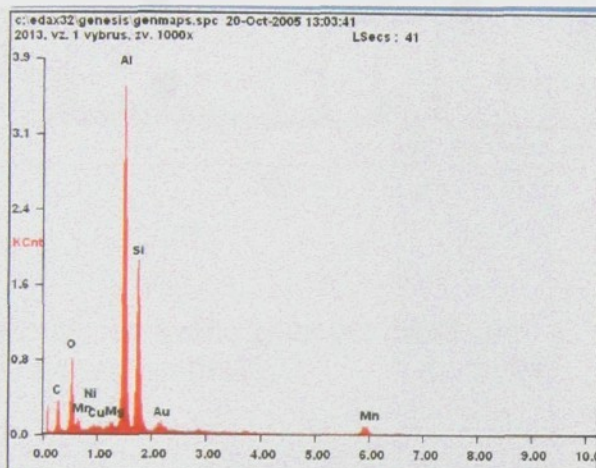


Element	Wt%	At%
CuL	02.21	01.02
MgK	01.01	01.21
AlK	60.69	65.74
SiK	25.21	26.24
MnK	10.88	05.79

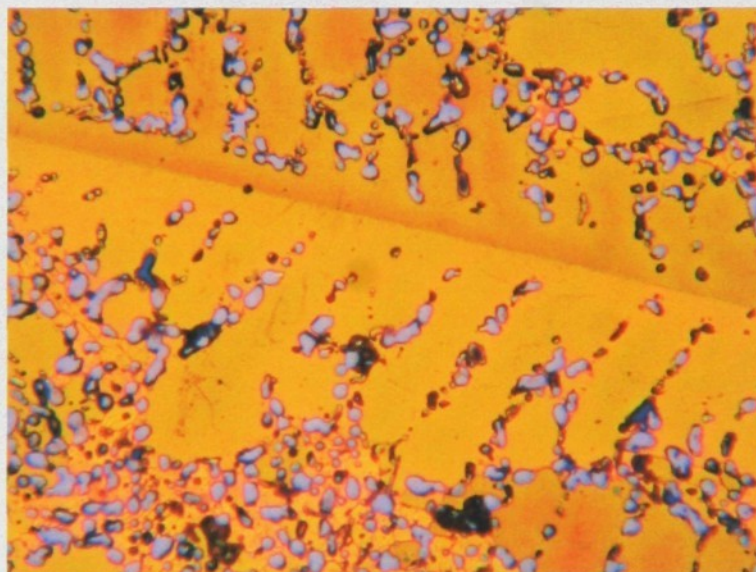


Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že světlomodré nepravidelné částice představuje intermetalickou fázi Al_5Si_2Mn dotovanou malým množstvím Mg a Cu. Porovnáním tmavomodré a světlomodré intermetalické fáze zjistíme, že pro tmavomodré fáze je charakteristický vysoký obsah Ni (13,29 %) a u světlomodré částice nebyl tento prvek přítomen.

e. Polykomponentní eutektikum – nepravidelné modré částice Si o velikosti 5 – 15 μm rozložené v tuhém roztoku α .



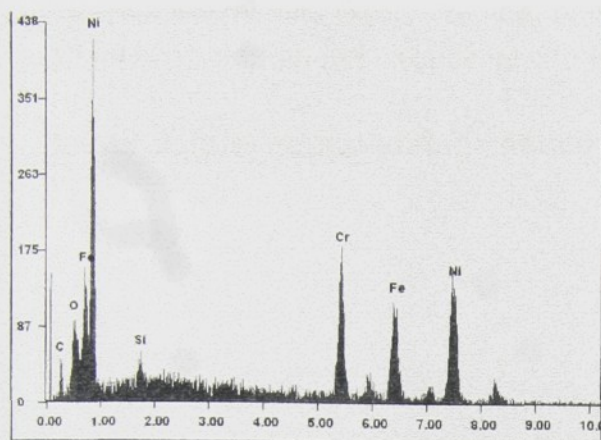
Element	Wt%	At%
NiL	00.71	00.36
CuL	01.78	00.82
MgK	01.08	01.29
AlK	49.08	53.14
SiK	37.79	39.31
MnK	09.55	05.08



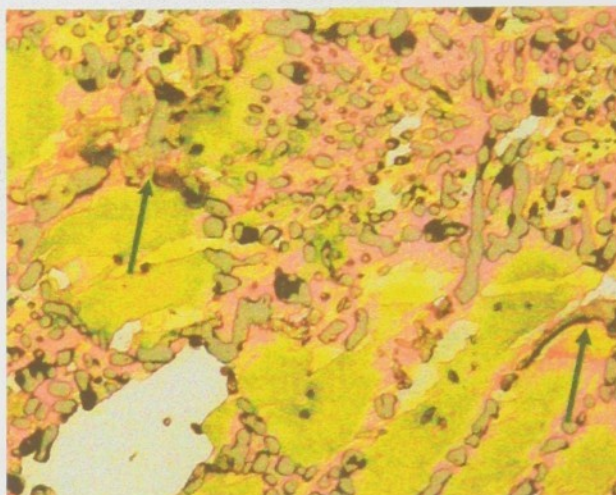
Polykomponentní eutektikum po barevném leptání.
Zv. 500x

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že modré nepravidelné částice rozložené v eutektiku představují intermetalickou fázi $Al_{11}Si_8Mn$ dotovanou malým množstvím Mg a Cu.

f. **světle zelené nepravidelné částice** o velikosti 5 –25 μm nepravidelně rozložené v eutektiku



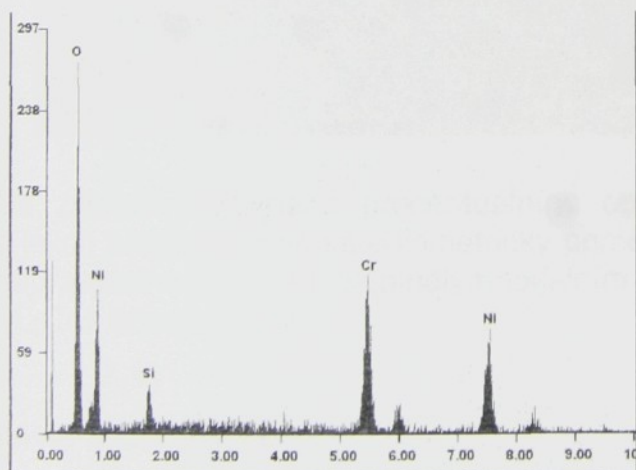
<i>CK</i>	06.75	23.75
<i>OK</i>	03.07	08.12
<i>SiK</i>	00.99	01.49
<i>CrK</i>	18.18	14.77
<i>FeK</i>	20.96	15.86
<i>NiK</i>	50.05	36.01



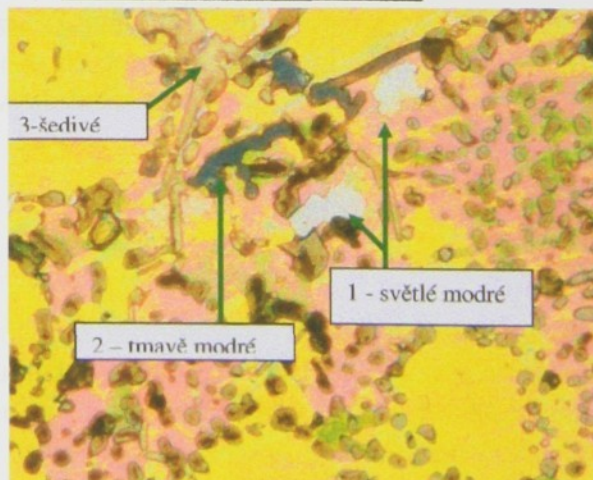
Identifikace světle zelených částic po barevném leptání. Zv. 500x

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že světle zelené nepravidelné částice rozložené nepravidelně v eutektiku představují intermetalickou fázi Ni_2FeCr .

g. **výrazné tmavé modré částice** o velikosti 10 – 30 μm nepravidelně a velice ojediněle rozložené v eutektiku



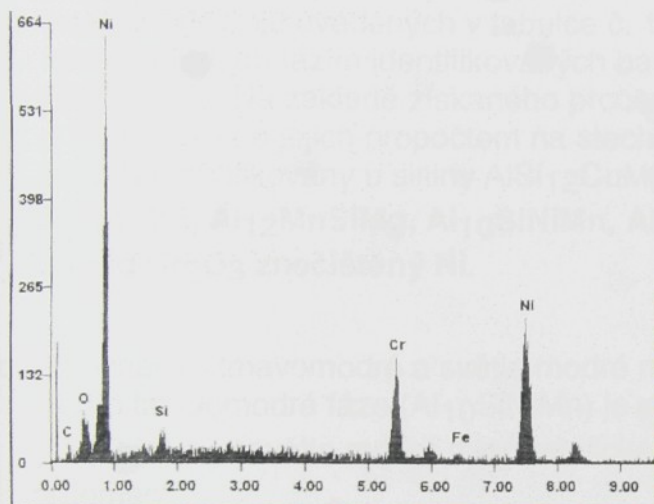
<i>OK</i>	16.33	40.03
<i>SiK</i>	02.22	03.09
<i>CrK</i>	28.63	21.59
<i>NiK</i>	52.82	35.28



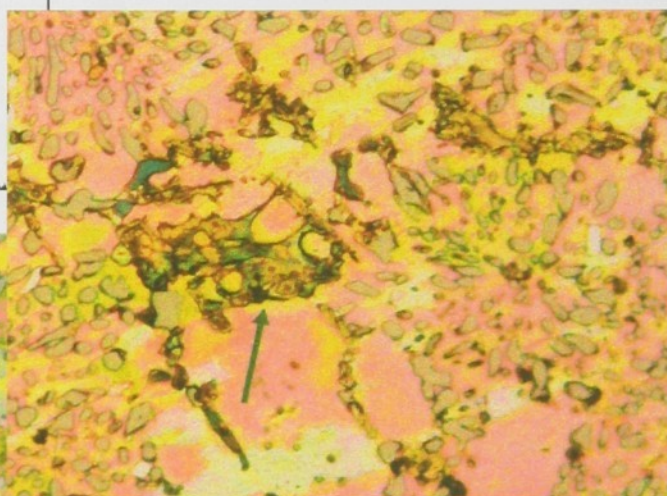
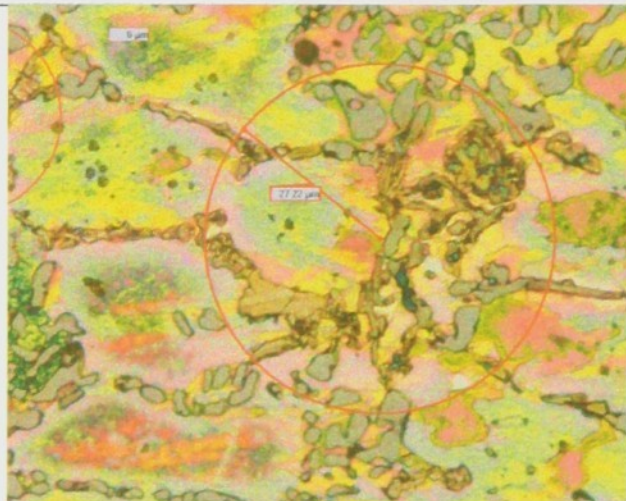
Identifikace výrazných tmavých modrých částic po barevném leptání. Zv. 500x

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že výrazné tmavé modré částice (č. 2) s velice ojedinělým výskytem v eutektiku představují oxid Cr_2O_3 znečištěný Ni. Šedé částice odpovídají intermetalické fázi Ni_2FeCr (č. 3) a světle modré odpovídají intermetalické fázi Ni_4Cr s obsahem Fe.

h. tmavé zelené nepravidelné částice různé velikosti s ojedinělým lokálním výskytem



<i>CK</i>	03.68	14.41
<i>OK</i>	02.54	07.46
<i>SiK</i>	01.41	02.36
<i>CrK</i>	16.95	15.32
<i>FeK</i>	01.79	01.51
<i>NiK</i>	73.62	58.93



Identifikace tmavých zelených částic po barevném leptání.
Zv. 500x

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že tmavé zelené nepravidelné částice s ojedinělým lokálním výskytem představují intermetalickou fázi Ni_4Cr s obsahem Fe.

Závěr k bodu 4.11

Cílem této práce bylo provést identifikaci jednotlivých strukturálních složek u slévarenské slitiny AlSi12CuMgNi vyrobené v reálných výrobních podmínkách a porovnat to s teoretickými poznatky uvedenými v literatuře [Mondolfo L.F.: Aluminium Alloys, Structure and Properties, Butterworths, London 1979]. Jedná se polykomponentní

slitinu, která představuje složitý systém s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami (Fe, Mn, Ti, Zn). Na základě publikovaných toretických poznatků o uvedené slitině a na základě provedených prací je možné konstatovat následující důležité a nové poznatky o slitině $\text{AlSi}_{12}\text{CuMgNi}$ vyrobené v reálných podmínkách:

- a. Prezentované známé literární poznatky jsou staršího data, kdy ještě EDX analýzy nebyly realizovány pro určení fázové stavby slitin. Proto zjištěné výsledky je možné považovat za průkopnické z hlediska identifikace jednotlivých strukturálních složek s použitím jak barevné metalografie, tak i EDX analýz.
- b. Chemické složení přítomných strukturálních složek u slitiny $\text{AlSi}_{12}\text{CuMgNi}$ podle literárních zdrojů uvedených v tabulce č. 1 neodpovídá skutečně identifikovaným intermetalickým fázím identifikovaných barevnou metalografií a zjištěných pomocí EDX analýz. Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich propočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že byly identifikovány u slitiny $\text{AlSi}_{12}\text{CuMgNi}$ následující intermetalické fáze:
 $\text{Al}_7\text{Si}_7\text{Mn}$, $\text{Al}_{12}\text{MnSiMg}$, $\text{Al}_{10}\text{SiNiMn}$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Mn}$, $\text{Al}_{11}\text{Si}_8\text{Mn}$, Ni_2FeCr , Ni_4Cr a oxid Cr_2O_3 znečištěný Ni.
- c. Porovnáním tmavomodré a světle modré nepravidelné intermetalické fáze zjistíme, že pro tmavomodré fáze ($\text{Al}_{10}\text{SiNiMn}$) je charakteristický vysoký obsah Ni (13,29 %) a u světle modré intermetalické fáze ($\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Mn}$) nebyl tento prvek přítomen.
- d. Velice překvapující je obsah Mn u jednotlivých intermetalických fází, kterého je ve slitině jen 0,039 % a je proto předpoklad, že se kumuluje při tvorbě těchto intermetalických fází.
- e. Překvapující je i složení částic v eutektiku, které by se mělo podle teoretických poznatků skládat z modifikovaných zrnitých částic Si s obsahem Al rozložených v tuhém roztoku α . Výsledky EDX analýz potvrzují, že se jedná o intermetalickou fázi $\text{Al}_{11}\text{Si}_8\text{Mn}$ dotovanou malým množstvím Mg a Cu.
- f. Světle zelené nepravidelné částice rozložené nepravidelně v eutektiku představují intermetalickou fázi Ni_2FeCr a tmavě zelené nepravidelné částice s ojedinělým lokálním výskytem představují intermetalickou fázi Ni_4Cr s obsahem Fe. Také šedé částice odpovídají intermetalické fázi Ni_2FeCr jen s rozdílným znečištěním jiných prvků (Si, C, O). U těchto fází se pravděpodobně kumuluje podstatná část obsahu Ni u této slitiny.
- g. Světle zelené nepravidelné částice rozložené nepravidelně v eutektiku představují intermetalickou fázi Ni_2FeCr a tmavě zelené nepravidelné částice s ojedinělým lokálním výskytem představují intermetalickou fázi Ni_4Cr . U těchto fází se pravděpodobně kumuluje podstatná část obsahu Ni u této slitiny.
- h. Výrazné ohraničené tmavé modré částice (č. 2) s velice ojedinělým výskytem v eutektiku představují oxid Cr_2O_3 znečištěný Ni.

3.12. Ekonomické zhodnocení metodiky a časová náročnost přípravy vzorků pro barevný kontrast

Příprava hliníkových vzorků pro barevné pozorování potřebuje speciální přípravu, která představuje určité náklady do zařízení nebo chemikálií. Protože v podmínkách naší laboratoře získáváme barevný kontrast barevným leptáním anebo pozorujeme v polarizovaném světle s přípravou vzorků pomocí anodické oxidace, budeme se věnovat ekonomickému zhodnocení těchto dvou metodik přípravy vzorků.

Ekonomické zhodnocení přípravy a vyhodnocení barevného kontrastu můžeme rozdělit na následující náklady :

- náklady na přípravu vzorků,
- náklady na přístrojové vybavení pro pozorování vzorku,
- náklady pro zhotovování fotodokumentace.

Náklady do přípravy vzorků můžeme rozdělit do dvou částí podle použité metodiky přípravy barevného kontrastu :

- náklady na zhotovení zařízení pro anodickou oxidaci,
- náklady na nákup chemikálií.

Zařízení pro anodickou oxidaci, kterého schéma je na obrázku č.53, jsme si vyrobili svépomocně. Nádoba, v které je roztok, je z PVC trubky (vnější plášť) a vnitřek je vysoustružen ze silonu. Katoda je z hliníkové ploché tyče. Stabilizovaný zdroj byl zakoupen. Celé zařízení lze pořídit do cca 30 tis. Kč. Náklady pro přípravu barevného kontrastu leptáním představují nákup základních chemikálií, kde celková cena potřebných základních chemikálií nepřesáhne 5 tis. Kč. Vzorky připravené elektrolytickým leštěním a následnou anodickou oxidací šetří čas a náklady na zalévání vzorků v porovnání se vzorky, které jsou připravené klasicky (zaléváním).

Náklady do přístrojového vybavení (mikroskopu) pro pozorování vzorků jsou otázkou samotného vybavení daného mikroskopu. Téměř všechny základní metalografické optické mikroskopy mají v základní výbavě možnost pozorování v polarizovaném světle. Jinak možnost pozorování v polarizovaném světle zvyšuje celkovou cenu mikroskopu o cca 70 – 90 tis. Kč.

Náklady na zhotovení barevné dokumentace závisí na způsobu použité alternativy. V podstatě jsou možné tři základní možnosti zhotovování barevné dokumentace (v naší laboratoři máme k dispozici všechny alternativy) :

- klasické fotografování na kinofilm,
- zhotovování snímků pomocí videoprintu,
- zhotovování snímků pomocí digitálního fotoaparátu.

Základním vybavením každého optického metalografického mikroskopu je připojení na klasický fotoaparát a fotografování jak na černobílý, tak i na barevný kinofilm. Náklady na vyvolání a zhotovení barevné fotografie se pohybují v rozmezí 2,90 – 3,60 Kč/ks. Nevýhodou je delší časová prodleva pro získání požadovaného snímku, t.j. že se musí celý nebo část filmu nasnímat a vyvolání a zhotovení snímku bez změny ceny trvá min. 24 hodin. Výhodou je možnost zhotovování vysoce

kvalitních fotosnímků a možnost zhotovovat velkorozměrové snímky pro účely prezentace nebo reklamy.

Fotografování pomocí videoprintu vyžaduje jednorázovou investici do zařízení, kterého cena se pohybuje v rozmezí 200 – 300 tis. Kč (závisí na dodavateli a kvalitě zařízení). Sestava obsahuje barevnou kameru, monitor, adaptér kamery a videoprinter. Barevnou kamerou se obraz přenáší na monitor, kde ho je možné ještě upravit (kontrast, zabarvení, jas) a následně vytisknout. Do videoprintu se používají speciální fotografické papíry pro černobílé nebo barevné snímky v balení po 100 ks v ceně cca 1400 – 1500 Kč. Na jeden papír lze zhotovit 1, 2 nebo 4 snímky a proto cena za 1 snímek se pohybuje v rozmezí 3,50 – 14 Kč. Velkou výhodou tohoto systému je rychlost zhotovení barevného snímku do 1 minuty a dostačující kvalita snímku. Při dostatečně velkém množství snímků a při zhotovování fotografií ve vlastní fotokomoře lze šetřit náklady na pracovní silu a na zařízení fotokomory.

Nejmladší a také nejprogresivnější metodou zhotovování barevných snímků je pomocí digitálního fotoaparátu. Digitální fotoaparát umožní zhotovit několik barevných snímků najednou a následně je pomocí připojení k PC stáhnout a pomocí speciálního softwaru upravit a následně například vložit jako obrázek při psaní zprávy ve Wordu nebo Excelu a také je samostatně uložit do počítače. Samozřejmě je potřebné mít na výstupu kvalitní inkoustovou nebo laserovou tiskárnu. Cena kvalitní inkoustové tiskárny se pohybuje v rozmezí 12 – 16 tis. Kč. a cena laserové tiskárny se pohybuje od 40 tis. Kč až do 120 tis. Kč. V posledním období se používají tiskárny pracující s technologií tuhého inkoustu („vosku“), které jsou často využívány také v grafickém průmyslu pro svoji schopnost tisknout na řadu médií velmi sytými barvami a s kvalitou srovnatelnou s fotografií. Výhodou je i vysoká rychlost tisku a to až 24 barevných snímků za formátu A4 za 1 minutu například u tiskárny typu Phaser 8400. Cena tiskárny je cca 52 tis. Kč a náklady na jednu barevnou stránku se pohybují v rozmezí 1,50 – 2,50 Kč. Výhodou je rychlost získání barevného snímku, jeho zakomponování do textu zprávy nebo článku a také výsledná cena vytištěného snímku na papíře formátu A4, která se pohybuje v rozmezí 1,40 – 2,50 Kč. Cena digitálního fotoaparátu je cca 20 – 30 tis. Kč (od firmy NIKON). Celková cena pořizování barevné dokumentace pomocí digitálního fotoaparátu je nižší než u zhotovování barevné dokumentace pomocí videoprintu při srovnatelné výsledné kvalitě snímků.

Časová náročnost přípravy vzorků pro získání barevného kontrastu je prakticky srovnatelná s přípravou vzorků pro černo – bílý kontrast. Postup při mechanickém broušení a leštění je stejný. Na závěr přípravy se u získání barevného kontrastu provádí anodická oxidace nebo barevné leptání. Anodická oxidace se u hliníkových slitin provádí v rozmezí 1,5 – 4 minuty a barevné leptání v rozmezí 20 – 60 sekund. Z toho vyplývá, že časová náročnost přípravy vzorků pro barevný kontrast je otázkou maximálně několik minut a nemá podstatný vliv na celkovou dobu přípravy vzorků.

4. Diskuse výsledků a závěry

Barevná metalografie umožňuje rozšířit omezené možnosti světelné optické metalografie při analýze jednotlivých strukturálních složek a rozšířit vypovídající schopnost struktury v porovnání s černo – bílým kontrastem. Předložená práce se komplexně zabývá možnostmi vyvolání barevného kontrastu a jeho využití u vybraných skupin hliníkových slitin. Je poukázáno na několik oblastí využití barevného kontrastu a s využitím EDX analýz jednotlivých strukturálních složek byla provedena přesná identifikace chemického složení zkoumaných objektů (fází, vměstků, nerozpuštěných kovů a předslitin atd.) nebo jednotlivých strukturálních složek (plošná analýza dendritických buněk).

Z hlediska přípravy vzorků se práce věnuje hlavně získání barevného kontrastu pomocí barevného leptání a anodickou oxidací (s následným pozorováním v polarizovaném světle). Hlavně barevnému leptání hliníkových vzorků je v této práci věnován největší prostor a to proto, že umožňuje barevně zvýraznit rozdíly v chemickém složení jednotlivých mikrolokalit (např. u dendritických buněk), strukturální nehomogenity, tepelně ovlivnitelných zón a při rozlišování jednotlivých fází, vměstků, nerozpuštěných kovů a předslitin (vykazují výrazně rozdílné chemické složení v porovnání se zbytkem mikrostruktury). Využití anodické oxidace je hlavně v oblasti rekystalizace, tvaru a velikosti zrna, okrajových hrubozrnných vrstev a v omezeném využití v oblasti identifikace fází. Vzorky připravené elektrolytickým leštěním a následnou anodickou oxidací v porovnání se vzorky, které jsou připravené klasicky (zaléváním) mají následující výhody :

- a. šetří čas (personální náklady) – příprava vzorky elektrolytickým leštěním trvá jenom 15-20 sek. a následní anodická oxidace v rozmezí 1 – 3 min.,
- b. šetří náklady na zalévání vzorků, leštící plátna a suspenze,
- c. šetří náklady na zalévací formy.

Při získávání barevného kontrastu leptáním bylo použito několik druhů leptadel (viz. tabulka č. 1), které se osvědčily pro hliníkové slitiny a dávají kvalitní výsledný barevný kontrast s ohledem na konečný efekt oblasti využití barevného kontrastu a na chemickém složení leptané slitiny. Konečnou kvalitu barevného leptání ovlivňuje několik faktorů a to hlavně kvalita přípravného výbrusu, chemické složení leptaného materiálu a podmínky leptání (teplota leptadla, doba leptání). Samozřejmě, že když dodržíme podmínky pro kvalitní přípravy vzorků a zajistíme konstantní teplotu leptadla, jsou rozhodujícími faktory, které ovlivňují kvalitu leptání, chemické složení materiálu a doba leptání.

Z experimentálního leptání slitiny AlCu4MgMn vyplývá, že optimální doba leptání je v rozmezí 20 – 45 sekund, jenom vynímečně do 60 sekund při dodržení konstantní teploty. To odpovídá získání optimální tloušťky transparentního filmu na povrchu vzorků v rozmezí 50 – 150 nm. Jak z teoretického hlediska tak i na základě provedených experimentů v této práci platí, že více legované hliníkové slitiny, které mají tím i vyšší chemickou nehomogenitu materiálu, dávají i kvalitnější barevný kontrast. Kvalita barevného kontrastu postupně klesá směrem k méně legovaným slitinám hliníku až dochází k tomu, že u čistých hliníků (Al 99,5 % , Al 99,8 %) efekt

barevného leptání zaniká nebo je nulový. To odpovídá tomu, že u čistých hliníků je chemická nehomogenita materiálu velice nízká nebo prakticky nulová.

Při získávání barevného kontrastu pomocí anodické oxidace je potřeba důsledně dodržovat předepsané napětí (25 – 30 V) a proud (0,7 – 4 A). Kvalitní barevný kontrast při pozorování v polarizovaném světle silně závisí na teplotě roztoku, v kterém probíhá anodická oxidace a proto je nutné roztok udržovat v chladu při teplotě 8 – 10 °C použít. Roztok se při anodické oxidaci poměrně rychle zahřívá a proto lze použít stejného roztoku na 5-8 vzorků a pak je nutné roztok vyměnit. Důležitý je dobrý kontakt mezi vzorkem a vodivým drátem z hliníku a kvalitní katoda z čistého hliníku (min. Al 99,5 %). Je potřeba dbát i na to, aby při anodické oxidaci nebyly přítomny a nedostaly se do roztoku žádné předměty ze železa.

Na základě provedených prací a experimentů, které jsou popsány v kapitolách 3.3 až 3.8 je možné konstatovat následující skutečnosti a závěry, které rozšiřují současné poznatky v oboru barevné metalografie hliníkových slitin:

- Kvalita získaného barevného kontrastu je přímo úměrná nehomogenitě chemického složení. Čím vyšší je nehomogenita materiálu tím kvalitnější je získaný barevný kontrast jednotlivých strukturálních mikrolokalit. Proto je výhodné použít barevné leptání při vyhodnocování chemické nehomogenity litých hliníkových slitin s využitím EDX analýzy. U litých hliníkových slitin, které nebyly podrobeny homogenizačnímu žíhání lze pozorovat jak mezidendritickou, tak i dendritickou chemickou nehomogenitu materiálu, kde obecně platí, že v mezidendritických prostorách je větší procento legujících prvků zastoupeno ve formě hrubých licích segregátů (nerovnovážná eutektika, intermetalické fáze) a menší procento hliníku než uvnitř dendritických buněk. Také samotné dendritické buňky vykazují nehomogenitu v rozložení jednotlivých legujících prvků což je dokázáno plošnou a lineární EDX analýzou u slitiny AlCu4MgMn (viz. kapitola 3.3).

- Z provedených zkoušek u nehomogenizovaného a homogenizovaného materiálu vyplývá, že efektu barevného leptání lze využít při posuzování kvality provedeného homogenizačního žíhání. Při posuzování kvality homogenizace lze barevný kontrast využít ve dvou rovinách a to :

- a. provede se několik režimů homogenizačního žíhání na jednotlivých vzorcích u stejné slitiny (i tavby, tak aby bylo zachované stejné chemické složení), vzorky se podrobí barevnému leptání a na základě získaného barevného kontrastu se určí nejkvalitnější režim žíhání,
- b. ze vzorků stejné slitiny, které byly podrobeny rozdílným režimům homogenizačního žíhání se udělají etalony pro další posuzování kvality homogenizačního žíhání v provozním procesu.

Obecně platí, že čím kvalitněji bude provedeno homogenizační žíhání, tím rovnoměrnější a stejnoměrnější bude barevný kontrast v rámci jednotlivých dendritických buněk a mezidendritické síťování bude nevýrazné. Metodiku pro hodnocení kvality homogenizace pomocí barevného leptání lze použít hlavně v Al slitin s vyšším obsahem legujících prvků a to například u slitin typu Al-Cu-Mg, Al-Zn-Mg-Cu, Al-Cu-Mg-Pb atd.

- Při identifikaci litých struktur a vad u nemodifikovaných a modifikovaných siluminů lze pomocí barevného leptání dosáhnout kvalitního barevného kontrastu a provést jednoznačnou identifikaci jednotlivých strukturálních složek. Jak je ukázáno na několika případech v kapitole 3.5, lze si vytvořit u těchto slitin určitou databázi snímků s použitím identifikace pomocí EDX analýzy, kde při opakované identifikaci jednotlivých složek struktury pomocí barevného kontrastu se již nemusí znovu použít EDX analýza.

- Využití barevné metalografie hliníkových slitin při anomálních strukturách, a to například v oblasti identifikace cizorodých částic, nerozpustných kovů nebo předslitin, oxidických částic, oxidických blan, atd., umožní rozšířit vypovídající schopnost jednotlivých částic struktury na základě jejich charakteristického zbarvení v porovnání s černo – bílým kontrastem. Tady je vhodné podchytit jednotlivé mikrostrukturální anomálie na černo – bílém kontrastu, barevném kontrastu, snímkem z elektronového rastrovacího mikroskopu a příslušnou EDX analýzou dané částice. Tím si je možné postupně vytvořit určité mustry – etalony pro opětovné analýzy vyskytujících se vad bez opětovného použití EDX analýzy, tak jak je to poukázáno u několika případů v kapitole 3.6 a 3.7.

- Polarizované světlo při vyhodnocování struktur hliníkových slitin lze využít především v následujících oblastech :

- a. hodnocení stupně rekystalizace,
- b. velikost a tvar rekystalizovaného a litého zrna,
- c. vyhodnocování hloubky povrchové hrubozrnné rekystalizované struktury,
- d. zvýraznění některých druhů fází.

U rekystalizovaného zrna platí, že stejné zbarvení odpovídá stejné orientaci zrna a lze proto navíc například zjistit převládající orientaci zrna. V některých případech lze využít polarizovaného světla pro barevné zvýraznění některých intermetalických fází (např. fází $TiAl_3$ v slitině $AlTi5B1$).

- V kapitole 3.9 je hlavně poukázáno na možnosti barevného leptání u různých typů hliníkových slitin s využitím možnosti optického mikroskopu v kombinaci s různými způsoby osvětlení vzorku. Využití různých druhů leptacích roztoků s různou kombinací osvětlení (polarizované světlo, Nomarského kontrast atd.) připraveného vzorku dává ukázky barevných struktur, které poukazují na možnosti rozšíření vypovídajících schopností barevného leptání. V této části práce je poukázáno na možnosti využití polarizovaného světla s použitím a bez použití „zásuvného kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu“, z prostoru zásuvného polarizátoru. Také je poukázáno na možnost využití Nomarského kontrastu, který umožňuje při určité nerovnosti povrchu vzorku způsobeného leptáním ostrý a plastický obraz.

- V kapitole 3.11 bylo cílem provést identifikaci jednotlivých strukturálních složek u slévárenské slitiny $AlSi12CuMgNi$ vyrobené v reálných výrobních podmínkách a porovnat to s teoretickými poznatky uvedenými v literatuře [Mondolfo L.F.: Aluminium Alloys, Structure and Properties, Butterworths, London 1979]. Jedná se polykomponentní slitinu, která představuje složitý systém s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami (Fe, Mn, Ti, Zn). Písemné informace o stavbě takového strukturálního systému nejsou k dispozici. Proto zjištěné výsledky je možné považovat za průkopnické z hlediska identifikace jednotlivých strukturálních

složek s použitím jak barevné metalografie, tak i EDX analýz. Zjištěné nové poznatky jsou uvedené v závěru kapitoly 3.11.

- Aplikaci barevné metalografie je možné barevně rozlišit a identifikovat přítomnost jednotlivých intermetalických fází z rozdílným chemickým složením. Také obohacené (nebo ochuzené) povrchové vrstvy u litého materiálu, lze pomocí barevného leptání velice přesně rozlišit tak jak je to patrné u obrázku 70.

- Závěrem lze konstatovat, že i když klade barevná metalografie hliníkových slitin zvýšenou náročnost na přípravu a vyšší náklady na pořízení barevné fotografie, má svoje opodstatněné místo mezi optickými metalografickými metodami. Barevná metalografie hliníkových slitin má v porovnání s černobílým kontrastem několik předností a to :

- a. barevný kontrast umožňuje získat nové poznatky o struktuře v porovnání s klasickými metodami (identifikace fází, cizorodých částic, vměstků, nerozpustných kovů a předslitin atd.),
- b. rozšiřuje popis struktury v porovnání s černobílým kontrastem (chemická nehomogenita mikrolokalit, tepelně ovlivnitelných zón, obohacených a ochuzených zón),
- c. umožní při určitém opakovaném výskytu anomálií ve struktuře (vměstky, nerozpustné kovy a předslitiny, fáze atd.) šetřit náklady na opakované EDX analýzy,
- d. jednoduchá dostupnost různých možností kvalitně fotodokumentovat barevné struktury (klasické fotografování, videoprinter, digitální fotoaparát),
- e. barevné snímky jsou také dekorativní a lze je proto využít pro různé reklamní účely.

5. Literatura

- [1] Skočovský, P. : Farebný kontrast v metalografickej mikroskopii. Slovmetal, Žilina 1993.
- [2] Skočovský, P. – Šiman, I. : Štruktúrna analýza liatin. ALFA Bratislava 1989.
- [3] Weck, E – Leistner, E. : Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren, 2 díl, DVS Düsseldorf, 1983.
- [4] ČSN 42 0056, Tepelné zpracování neželezných kovů.
- [5] Atlas métallographique des fontes. Edit. Tech. Ind. Fond., Paris 1980.
- [6] Buehler - Hougardy : Atlas der Interferenzschichten-Metallografie, Oberursel 1979.
- [7] ČSN 01 1718 – Měření barev.
- [8] Michna, Š. - Lukáč I. : Využití barevné metalografie a EDX analýz ve fyzikální metalurgii Al slitin, I. Mezinárodní konference Aluminium 99 - Děčín, mimořádné číslo Transactions of the Universities of Košice, str. 3 – 7.
- [9] Jandoš, F. – Říman, R. – Gemperle, E. : Využití moderních metod v metalografii. SNTL Praha, 1985.
- [10] Fundárková, D : Využitie farebného kontrastu pre metalografické hodnotenie chemicko- tepelné spracovaných vrstiev, Doktorandská dizertačná práca, ŽU – Strojnícka fakulta, Žilina 1998.
- [11] Návod pro obsluhu inverzního metalografického mikroskopu EPIPHOT 300, Alusuisse Děčín s.r.o. , 2000.
- [12] Berhara, E. – Shpigler, B. : Color Metallography, ASM Metals Park, Ohio 1977.
- [13] Konečná, R. – Skočovský, P : Využitie farebného kontrastu při metalografickej analýze silumínov, , I. Mezinárodní konference Aluminium 99 - Děčín, mimořádné číslo Transactions of the Universities of Košice, str. 8 – 13.
- [14] ČSN 42 0056
- [15] Lukáč, I : Vybrané teoreticko – technologické aspekty tepelného spracovania Al zliatin, technologické dni v Alusuisse Děčín s.r.o. – přednáška, Děčín 1999.
- [16] Pracovní pokyn PP 17-07-007/0000 – Kvantitativní hodnocení transformace licích heterogenit.

- [17] Pracovní pokyn PP 17-07-008/0000 – Sekundární vylučování a stupeň homogenizace u slitin typu AlMgSi.
- [18] Michna, Š - Lukáč, I : Possibility of colour metalography to identification of some phases in Al alloys, Acta metallurgica Slovaca, Košice 2/1998
- [19] Lukáč, I - Michna, Š : Atlas struktur a vad u hliníku a jeho slitin, Deltaprint Děčín 1999.
- [20] Mondolfo. L. F. : Aluminium Alloys, Structure and Properties, Butter Worths, London, England 1976.
- [21] Wang, L. – Makhlof, M. – Apelian, D. : Aluminium die casting alloy composition, mikrostruktura , and properties – performance relationships, International Materials Reviews, 1995.
- [22] Kirgin H.K. : Modern Casting, 1999, 1, 34
- [23] ASM Handbook, Vol.4, Heat Treating, ASM International, USA, 1991, ISBN 0-87170-379-3
- [24] Spada A.T., Aluminium Casters Discuss Porosity, Melt Quality, Modern Casting, 1999, February, 5
- [25] VAW Motor – A Leader in Aluminium Engine Castings, Foundry International, 1999, March, 15
- [26] Murali S., Raman K.S., Murthy K.S.S., Al-7Si-0.3Mg Cast alloy, A New Approach to Property Improvement, AFS Transactions, 1996, 1175.
- [27] Murali S., Influence of Trace Additions on the Microstructure, Mechanical Properties and Age Hardening Characteristics of Al-7Si-0.3Mg Cast Alloy with Iron Impurity, Indian Institute of Science , PhD. thesis, Apr. 1994.
- [28] Murali S., Raman K.S., Murthy K.S.S., The Formation of β -FeSiAl₅ And Be-Fe Phases in Al-7Si-0.3Mg Alloy Containing Be, Materials Science and Engineering A, 1995, vol. 190, 165.
- [29] Murali S., Raman K.S., Murthy K.S.S., Morphological Studies on β -FeSiAl₅ Phase in Al-7Si-0.3Mg Alloy with Trace Additions of Be, Mn, Cr and Co, Materials Characterization, 1994, vol. 33, 99.
- [30] Hrivňák I, Hliník, jeho zliatiny, zvárateľnosť a zváranie, www.strojarenstvo.sk,32
- [31] Michalec M., Zváranie hliníka na železničných koľajových vozidlách, www.strojarenstvo.sk,60.

- [32] Gudmundsson T., Agglomeration of TiB_2 particles in liquid Aluminium, Thesis submitted to the University of Nottingham for the degree Doctor of Philosophy, August 1996, Department of Materials Engineering and Materials Design, University of Nottingham
- [33] Nes. E., Slevolden S., Casting and annealing structures in strip cast aluminium alloys, *Aluminium*, 1979,5,319
- [34] Sing S.N., Flemings M.C., Influence of Ingot Structure and Processing on Mechanical Properties and Fracture of a High Strength Wrought Aluminium Alloy, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 1969, August, 1811
- [35] Baty D.L., Tanzilli R.A., Heckel R.W., Solution Kinetics of $CuAl_2$ in an Al-Cu4 Alloy, *Metallurgical Transactions*, 1970, June, 1651
- [36] Edwards G.A., Stiller K., Dunlop G.L., Couper M.J., The Precipitation Sequence in Al-Mg-Si Alloys, *Acta Mater.*, 1998, 11, 3893.
- [37] Xie F.Y., Kraft T., Zuo Y., Moon C.H., Chang Y.A., Microstructure and Microsegregation in Al-Rich Al-Cu-Mg Alloys, *Acta Mater.*, 1999, 2, 489
- [38] ASM Handbook, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special – Purpose Materials, ASM, USA, 1992, ISBN 0-87170-378-5
- [39] Gupta R., Brown C.C., Marek S., Advanced aluminium and magnesium alloys, *Proc. Int. Conf.*, Amsterdam, ASM Europe, 1990, June, 485.
- [40] Backerud L., Chai G., Tamminen J., Solidification characteristics of aluminium alloys, *Foundry alloys*, 1990, 2, 321.
- [41] Kashyap K.T., Murali S., Raman K.S., Murthy K.S.S., Overview, Casting and Heat Treatment Variables of Al-7Si-Mg Alloy, *Materials Science Technology*, 1993, vol. 9, 189.
- [42] Murali S., Raman K.S., Murthy K.S.S., Effect of Fe Impurity and a Cd Trace Addition on the Delayed Aging of Al-7Si-0.3Mg Casting Alloy, *Cast Metals*, 1991, vol. 4, 31.
- [43] Murali S., Raman K.S., Murthy K.S.S., Effect of Mg, Fe (Impurity) and Solidification Rates on the Fracture Toughness of Al-7Si-0.3Mg Casting Alloy, *Materials Science and Engineering A*, 1992, vol. 151, 1.
- [44] Jelagin V.I., Zacharov V.V., Svojstva i primeneniye novych vysokotechnologičnykh aljuminievych splavov dlja narodnovo chozjajstva, *Cvetnyje metally*, 1985, 2, 61.

- [45] Suresh S., Vasudevan A.K., Tosten M., Howell P.R., Microscopic and Macroscopic Aspects of Fracture in Lithium –Containing Aluminium Alloys, *Acta Metallurgica*, 1987, 1, 25.
- [46] Zemánková J., Porušování kompozitních složených materiálů, Praha, UTAM ČSAV, 1991.
- [47] Zink W., Erste Untersuchungsergebnisse an Aluminium-Lithium-Legierung im Hinblick auf deren Einsatz im Flugzeugbau, *Aluminium*, 1985, 6, 405.
- [48] Welpmann K., Peters M., Sanders T.H., Aluminium-Lithium Legierungen //: Metallkundliche Grundlagen: //: Mechanische Eigenschaften, *Aluminium*, 1984, 10, 735, und 1984, 11, 846.
- [49] Lacroix J.Y., Macé R., Influence de la pureté de la base sur la ténacité et les propriétés en fatigue de l'alliage d'aluminium 7075, *Mémoires et études scientifiques de la Revue de métallurgie*, 1985, 5, 213.
- [50] Microstructure of Aluminium Alloys, *Metals Handbook, Atlas of Microstructure of Industrial Alloys*, 8th ed. , Vol. 7, ASM, USA, 1972.
- [51] Kaczorowski M., The role of excess silicon in the process of precipitation hardening of AlMgSi alloys, *Aluminium*, 1999, 12, 759.
- [52] Sedláček V., Rozvoj hliníkových slitin, *Kovové Materiály*, 1996, 2, 69.
- [53] Machinable Wrought Aluminium Alloy, *Advanced Materials and Processes*, ASM, 1998, April, 37.
- [54] Wilson I., Nick P., H., Sheasy P.G., Pretreatment for Bonded Aluminium Structures, *Advanced Materials and Processes*, ASM, 1997, 2, 26.
- [55] Automotive Materials Selection, *Advanced Materials and Processes*, ASM, 1998, 6, 42.
- [56] Sverdlin A., Drits A.M., Krimova T.V., Sergeev K.N., Ginko I.B., Aluminium-Lithium Alloys for Aerospace, *Advanced Materials and Processes*, ASM, 6, 49.
- [57] Xie F., Y., Kraft T., Zou Y., Moon C.H., Chang Y.A., Microstructure and Microsegregation in Al-Rich Al-Cu-Mg Alloys, *Acta Mater.*, 1999, 2, 489.
- [58] *ASM Handbook, Fractography*, Vol. 12, ASM International, Ohio, 1987.
- [59] Asby M.F., Jones D.R.H., *Engineering Materials*, Vol. 3, *Materials Failure Analysis*, Pergamon Press, Oxford, 1993.
- [60] Maľcev M.V., Barsukova T.A., Borin F.A., *Metalografia neželezných kovov a zliatin*, SVTL, Bratislava, 1963.

6. Seznam monografií a publikovaných prací

Monografie :

- [1] Lukáč I. – Michna Š.: Colour Contrast, Strukture and Defects in Aluminium and Aluminium Alloys.
(Cambridge international science publishing, september 2001)
- [2] Lukáč I. – Michna Š.: Atlas struktur a vad u hliníku a jeho slitin.
(Samostatná monografie autorů, vydal Deltaprint Děčín 1999)
- [3] Michna Š. – Lukáč I.: Barevný kontrast, struktury a vady u hliníku a jeho slitin.
(Samostatná monografie autorů, vydal Deltaprint Děčín 2003)
- [4] Michna Š., Lukáč I., Očenášek V., Kořený R., Drápala J., Schneider H., Miškuřová A. a kol.: Encyklopedie hliníku
(vydal Adin s.r.o. Prešov 2005)
- [5] Michna Š., Lukáč I., Očenášek V., Kořený R., Louda P., Drápala J., Schneider H., Miškuřová A. a kol.: „Aluminium Materials and Technologis from A to Z“
(Adin s.r.o. Prešov 2007)

Publikované práce:

- [6] Michna Š.: Identifikace vad u Al – slitin ve slévárenském procesu.
(Transactions of the Technical Univerzity of Košice 4/97)
- [7] Michna Š.: Využití obrazového analyzátoru pro kvantitativní hodnocení Al – slitin.
(Transactions of the Technical Univerzity of Košice 4/97)
- [8] Michna Š. – Skalický I.: Study on AlSi 10 and AlSi 20 alloys strukture from viewpoint of applicability during alloying of AlMgSi type alloys.
(Transactions of the Technikal Univerzity of Košice 2/98)
- [9] Lukáč I. – Michna Š. – Makroczy P.: Efekt productions conditions on mikrostrukture of AlMgSiB₂ and AlZn₆MgCu_{1,5} Alloys.
(10. Medzinárodné Metalografické Sympozium)
- [10] Michna Š. – Lukáč I.: Možnosť farebnej metalografie k identifikácii štruktúry u niektorých Al zliatin.
(Acta Metallurgica Slovaca 2/98, Výskum – Vývoj – Výroba v zlievarenstve)
- [11] Michna Š. – Lukáč I.: Využití barevného kontrastu v metalografii hliníkových slitin.
(Acta Metallurgica Slovaca 3/98, Výskum – Vývoj – Výroba v zlievarenstve)
- [12] Michna Š. – Lukáč I.: Příspěvek ke strukturním projevům koroze u hliníkových slitin.
(Koroze a ochrana materiálu 4/99, VŠCHT – Praha)
- [13] Michna Š. – Lukáč I.: Využití barevné metalografie a EDX analýz ve fyzikální metalurgii Al slitin.
(1. mezinárodní konference Aluminium 1999, Děčín)

- [14] Michna Š.: Identification of heterogeneous particles based on iron in aluminium alloys in material working process.
(Transactions of the Univerzity of Košice 1/99)
- [15] Michna Š.: Využití obrazového analyzátoru pro kvantitativní hodnocení struktur u Al – slitin.
(Přínos metalografie pro řešení výrobních problémů, Konference Mariánské Lázně – červen 1999)
- [16] Michna Š.: Získání, využití a nové metodiky v oblasti barevného kontrastu metalografie hliníkových slitin.
(Přínos metalografie pro řešení výrobních problémů, Konference Mariánské Lázně – červen 1999)
- [17] Lukáč I. – Michna Š.: Strukturní vady u slitin na bázi Al-Si a jejich identifikace aplikací fraktografické, EDX a metalografické analýzy.
(Slévárství, č. 11-12/2000, Svaz sléváren České republiky– Brno)
- [18] Michna Š. – Lukáč I.: Barevný kontrast u hliníkových slitin při identifikaci složek u anomálních struktur.
(2. mezinárodní konference Aluminium 2001, Děčín)
- [19] Michna Š. – Lukáč I.: Některé specifické případy korozního poškození hliníkových polotovarů. (2. mezinárodní konference Aluminium 2001, Děčín)
- [20] Lukáč I. – Michna Š.: Štruktúra a mikrosegregacia zliatiny AlCu4PbMgMn v liatom stave. (Slévárství č. 2-3/2002, Svaz sléváren České republiky – Brno)
- [21] Michna Š. – Lukáč I.: Barevná metalografie a EDX analýza při zkoumání chemické nehomogenity slitiny AlCu4MgMn v litém stavu.
(Acta Metallurgica Slovaca 3/2002, Segregácia „02“)
- [22] Michna Š. – Lukáč I.: Application of color etching for different alloys types with possible combination of a sample illumination during observation by an optical mikroskope.
(Transactions of the Univerzity of Košice 4/2001)
- [23] Lukáč I. – Michna Š.: Structure failures of the Al – Si alloys and their identification using fractography, EDX and metallography analyses.
(Transactions of the Univerzity of Košice 4/2000)
- [24] Michna Š. – Lukáč I.: Zieskanie a využitie farebného kontrastu v metalografii hliníkových zliatin.
(11. Medzinárodné Metalografické Sympozium, Metallography „01“)
- [25] Lukáč I. – Michna Š.: Štruktúrne chyby v zliatinách Al – Si a ich identifikacia s využitím metalografie a EDX analýzy.
(Metallography 01, Acta Metallurgica Slovaca 1/2001)

- [26] Michna Š. – Lukáč I.: Color contrast metallography and EDX analyses utilisation for homogenisation quality process evaluation.
(3. mezinárodní konference Aluminium 2003, Děčín)
- [27] Lukáč I. – Michna Š.: Contribution to Problematic porosity During Welding.
(Transactions of the Univerzity of Košice 4/2002)
- [28] Michna Š. – Lukáč I.: Struktura a mikrosegregace slitiny AlCu4PbMgMn v litém stavu.
(Acta Metallurgica Slovaca 4/2002)
- [29] Michna Š. – Lukáč I. – Skalický I.: Metallographie evaluation of AlTi5B1 master alloy.
(Acta Metallurgica Slovaca 1/2004, Metallography 2004)
- [30] Michna Š. – Lukáč I. : Hliník v novém století a další možnosti jeho využití v dopravě.
(4. mezinárodní konference Aluminium 2005, Děčín)
- [31] J. Trpčevská - Michna Š. – Lukáč I. : Strukture Comparison of AA 6262 and AA 6023 (STANAL 32) Alloys from the View of Their Influence on Cracking During Maschining.
(4. mezinárodní konference Aluminium 2005, Děčín)
- [32] Lukáč I. – Michna Š.: Contribution to Problematic of the Heat Treating Casts Made of an Aluminium Alloy.
(4. mezinárodní konference Aluminium 2005, Děčín)
- [33] Michna Š. – Lukáč I. : Lepší vlastnosti tvářených slévarenských slitin na bázi Al-Si v porovnání s litým stavem.
(4. mezinárodní konference Aluminium 2005, Děčín)
- [34] Benko P. - Michna Š. – Lukáč I. : Príčiny praskania polotovarov lisovaných s malým zlisovacím pomerom zo zlitin AlCuMgPb
(Materiálové inžinierstvo, číslo 3/2003, Žilina – SK, ISSN 1335-0803)
- [35] Bajcura M. - Michna Š. – Lukáč I. : Nové poznatky o struktuře tvářené slitiny AlSi12CuMgNi (AA 4032)
(Archiwum odlewnictwa, Katowice 2006, Poland)
- [36] Michna Š. – Majrich P. .: Nové poznatky o struktuře slitiny AlSi12CuMgNi
(Transactions of the VŠB – Technical Univezity of Ostrava, Metallurgical series 1/2007, str. 163 –173, ISBN 978-80-248-1748-0, ISSN 1210-0471)
- [37] Michna Š. – Lukáč I. : Přítomnost skluzových pásů u slitiny AlMg5
(Transactions of the Univerzites of Košice, 5. mezinárodní konference Aluminium 2007, Staré Splavy, str. 37-40, ISSN 1335-2334)
- [38] Michna Š. – Lukáč I – Bajcura M.. : Struktura slitiny EN AW 4032 a její vliv na výsledné vlastnosti materiálu
(Transactions of the Univerzites of Košice, 5. mezinárodní konference Aluminium 2007, Staré Splavy, str. 37-40, ISSN 1335-2334)

7. Citace v publikacích, sbornících a časopisech

1. Eva Tillová – Radomira Konečná – Mária Chalupová : Využitie hlbokého leptania pri hodnotení štruktúry siluminu AlSi7MgTi
(sborník přednášek Aluminium 2001)
- [5] Michna Š., Lukáč I.: Získanie a využitie farebného kontrastu v metalografii hliníkových zliatin.
Acta Metallurgica Slovaca 7, 1/2001 s. 20 -24 ISSN -1335-1532
2. Transactions of the Universities of Košice
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2005)

Bajcura Matúš
Anomální struktury zrn u hliníkových slitin
Anomalies in Grain Structure of Aluminium Alloys
- [1] Michna Š., Lukáč I. a kol., Encyklopedie hliníku, (Adin s.r.o., Prešov, 2005)
- [2] Michna Š., Lukáč I., Barevný kontrast, struktury a vady u hliníku a hliníkových slitin,
(Delta Print, Děčín, 2003)
3. Transactions of the Universities of Košice
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2005)

Drápala Jaromír, Morávková Zuzana, Dostál Vladimír
Příspěvek k teorii segregace prvků v ternárních systémech
Contribution to the Theory of the Segregation in Ternary Systems
- [11] Michna Š. a kol., Encyklopedie hliníku. , (tisk Adin, s.r.o., Prešov 2005)
4. Transactions of the Universities of Košice
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2005)

Oravec Karol, Janák Gabriel
Homogenizačné žíhanie vybraných hliníkových zliatin
The Homogenization Annealing of Specific Aluminium Alloys
- [3] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4.)
5. Viktor Zábavník – Marián Buršák : Zošľacht'ovanie a kontrola materiálov
(publikace , ELIMENA – Košice 2004, ISBN 80-8073-071-7)
- [114] Michna Š., Lukáč I.: Barevný kontrast, struktury a vady u hliníku a jeho slitin,
(Delta Print Děčín 2003)

6. Viktor Zábavník – Marián Buršák : Materiál, tepelné spracovanie, kontrola kvality
(publikace , ELIMENA – Košice 2004, ISBN 80-8073-159-4)

[114] Michna Š., Lukáč I.: Barevný kontrast, struktury a vady u hliníku a jeho slitin,
(Delta Print Děčín 2003)

7. Dana Bolibruchová – Eva Tillová : Zlievarenské zlitiny Al-Si
(ŽU Žilina 2005, ISBN 80-8070-485-6)

Kap. 7

- [7] Michna Š., Lukáč I.: Barevný kontrast, struktury a vady u hliníku a jeho slitin,
(Delta Print Děčín 2003)
[25] Michna Š., Lukáč I.: Získanie a využitie farebného kontrastu v metalografii
hliníkových zliatin.
(Acta Metallurgica Slovaca 7, 2001 s. 20 –24)

Kap. 9

- [5] Lukáč I. - Michna Š.: Strukturální vady u slitin na bázi Al-Si a jejich
identifikace aplikací faktografické, EDX a metalografické analýzy.
(Slévárenství 2000, č. 11-12, s. 579-585)

8. Materiálové inžinierstvo , (časopis číslo 3/2003, ŽU- Srojnická fakulta,
Žilina – SK, ISSN 1335-0803)

Eva Tillová – Radomira Konečná – Mária Chalupová : Nekonenčné metódy
štúdia štruktúry Al-Si-Mg

- [4] Michna Š., Lukáč I.: Barevný kontrast u hliníkových slitin při identifikaci
složek u anomálních struktur.
(2 mezinárodní konference Aluminium 2001, Děčín, s. 33-43)

9. Archiwum odlewnictwa, Katowice r. 2006, Rocznik 6, Nr.18 , Poland

D.Schutzová, J. Lenárthová, E. Bobok, I. Lukáč : Teoretické aspekty tepelného spracovania
hliníkových Zlatin

- [1] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

- 10 . Materials Science and Engineering A 458 / 2007, (ISSN: 0921-5093) str. 371-380.

D. Vojtěch, J. Verner, J. Šerák, F. Šimančík, M. Balog, J. Nagy: Properties
of thermally stable PM Al-Cr based alloy,

- [1] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

11. **Acta Metallurgica Slovaca 13 /2007, str.781-786, (ISSN 1335-1532).**

D. Vojtěch, A. Michalcová, J. Verner, J. Šerák, F. Šimančík, M. Balog, J. Nagy:
Structure and mechanical properties of PM aluminium alloys developed for
elevated temperature applications.

[1] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

12. **Transactions of the VŠB – Technical University of Ostrava, Metallurgical series**
1/2007, str. 203-208 (ISBN 978-80-248-1748-0, ISSN 1210-0471)

M.Pokusová, S.Mihál, M.Murgáš : Spracovanie silumínu so zvýšeným obsahom železa.

[4] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

13. **Transactions of the VŠB – Technical University of Ostrava, Metallurgical series**
1/2007, str. 229-236 (ISBN 978-80-248-1748-0, ISSN 1210-0471)

J.Šerák, D.Vojtěch, P.Novák : Zvýšení mechanických vlastnosti slitiny AlSiCuMg.

[2] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

14. **Transactions of the Universities of Košice**
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2007, ISSN 1355-2334)

Z. Kubincová : Quantitative structural analysis of laser-processed silumins.

[2] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

15. **Transactions of the Universities of Košice**
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2007, ISSN 1355-2334)

A. Miškufová, T. Havlík, K. Heiskanen : Možnosti recyklácie hliníka z jemnozrnných čiernych sterov.

[11] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

16. **Transactions of the Universities of Košice**
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2007, ISSN 1355-2334)

K.Oravec, M. Vojtko, T. Pisarčík : Homogenizačné žíhanie odliatkov
Al-zliatin k tvárneniu.

- [2] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)
- [5] P. Benko, Michna Š., I. Lukáč : Řešení problematiky praskání tyčí
průměru nad 110 mm u slitiny AlCu4MgPb (Aluminium 2003)

17. Transactions of the Universities of Košice
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2007, ISSN 1355-2334)

M. Panušková, E. Tillová, M. Činčala : Vplyv rozpušťacieho žihania na mechanické
vlastnosti zliatiny AlSi9Cu3

- [1] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

18. Transactions of the Universities of Košice
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2007, ISSN 1355-2334)

M. Palko : Ošetření hliníkových povrchů

- [9] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)
- [10] Michna Š., Lukáč I.: Barevný kontrast, struktury a vady u hliníku a jeho slitin,
(Delta Print Děčín 2003, ISBN 80-239-1636-X)
- [11] Lukáč I. - Michna Š.,: Colour contrast, structure and Defects in Aluminium
and Aluminium Alloys.
(Cambridge international science publishing, september 2001,
ISBN 1 898326 70 3)

19. Transactions of the Universities of Košice
(Mimoriadne číslo – Aluminium 2007, ISSN 1355-2334)

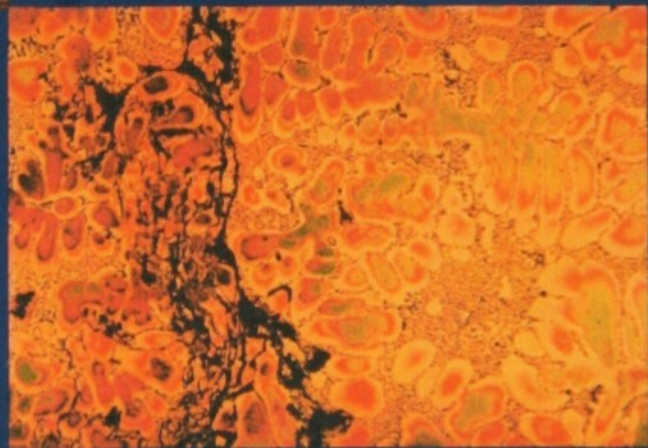
J. Ševčíková, M. Halama: Štúdium elektrochemických vlastnosti korózných makročlánkov
Al 99,5 – vybraný konštrukčný materiál.

- [2] Michna Š. a kol.: Encyklopedie hliníku,
(Adin, s.r.o. Prešov, 2005, ISBN 80-89041-88-4)

**COLOUR CONTRAST,
STRUCTURE
AND
DEFECTS
IN
ALUMINIUM
AND
ALUMINIUM ALLOYS**



Ivan Lukáč & Štefan Michna



CAMBRIDGE INTERNATIONAL SCIENCE PUBLISHING

Grains in Aluminium and Its Alloys in the Cast and Formed Condition



Fig. 5-5. Macrostructure of a shaft with a feather-like structure in AlMgSi0.5 on more than 50% of the area (reduced $\times 1.5$).

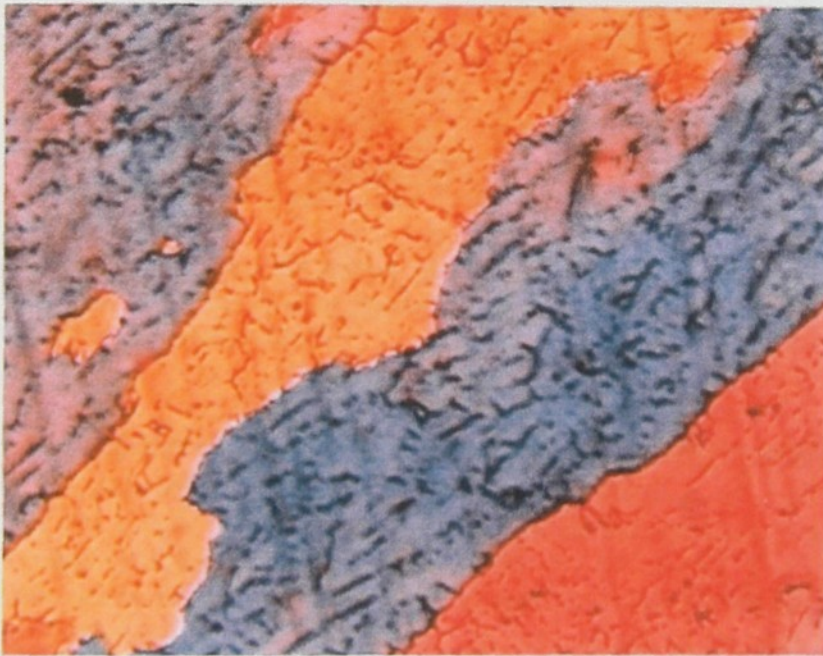


Fig. 5-6. Microstructure of feather-like grains in AlMgSi0.5 alloy. The specimen processed by anodic oxidation, examination in polarised light ($\times 65$).

In pure aluminium or in aluminium alloys with a feather-like structure (or with the columnar and elliptical grains), the presence of the feather-like structure results in the formation of characteristic bands and, consequently, the globular structure of the grain is required. These deviations from the globular structure of the grain (feather-

Chapter 5

like, elliptical or columnar) are associated with other significant shortcomings in quality, for example: premature solidification, increased porosity, increased chemical inhomogeneity, etc. Consequently, it is necessary to prevent these deviations from the globular structure of the grains when casting the material.

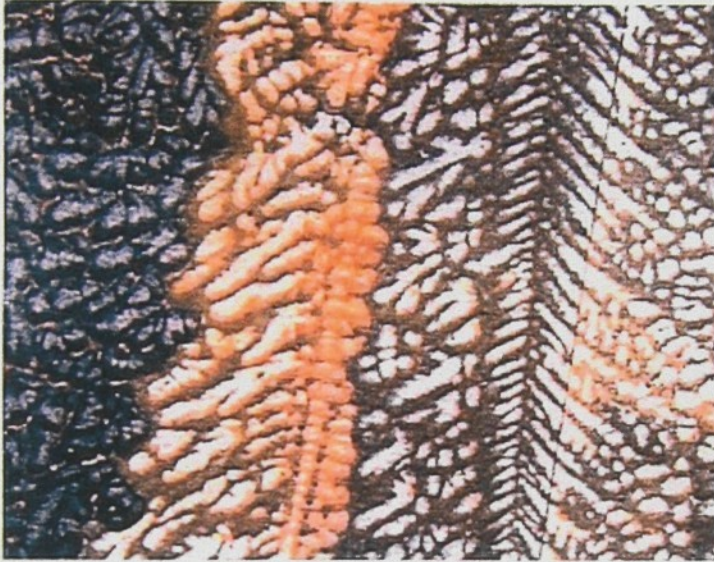


Fig. 5-7. Microstructure of feather-like grains in AlMg5 alloy after colour etching in the $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ solution developing the main solidification directions identical with the direction of more intensive heat removal.

5.3. The grain in the formed condition, non-recrystallized structure

After high deformation (pressing, drawing, forging, etc.) of the material a large part of the grains is rotated in the direction of deformation resulting in the formation of elongated grains (the so-called fibrous structure). The increase of deformation results in further changes of the direction of the grains and in the formation of the deformation texture. The formation and nature of the deformation texture are associated with rotation of the lattice of the individual grains for the movement of dislocations, the rotation is not necessarily the same inside the individual grains, and is affected not only by the material, especially by its lattice, but also by the mode and conditions of deformation.

Consequently, the non-recrystallized structure is characterised by the original, deformed fibrous structure of the grains, elongated in the direction of forming where the occurrence of fine fibres (grains deformed to a high degree) or coarse fibres (less deformed grains) is affected by the grain size prior to deformation, the magnitude of deformation, the orientation of slip systems, the number of slip planes and

Grains in Aluminium and Its Alloys in the Cast and Formed Condition

directions in the given system, the concentration of dislocations and lattice defects, the presence of heterogeneous phases, etc.

During deformation, the material is greatly strengthened. Strengthening is reflected in the increase of tensile strength, hardness, the rate of propagation of fatigue cracks, decrease of the ductility properties and elongation. The shape of the grain changes, electrical conductivity, permeability and corrosion resistance decrease.

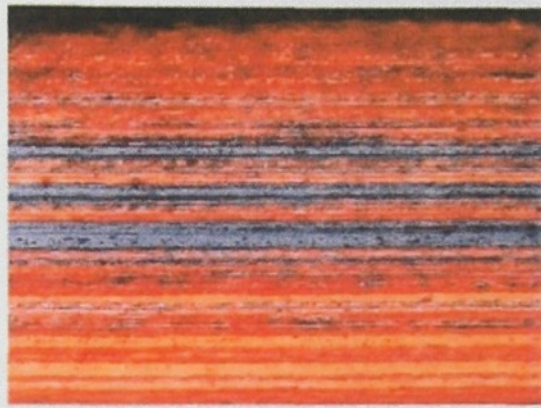


Fig. 5-8. Microstructure of the non-recrystallized fine fibrous structure at the edge of a pipe of AlMg2Zn alloy ($\times 100$).

Fig. 5-9. Microstructure of the non-recrystallized fine fibrous structure at the edge of a bar of AlZn7.5Mg alloy ($\times 100$).

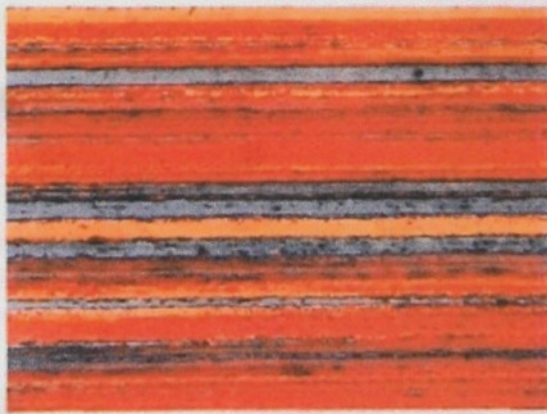
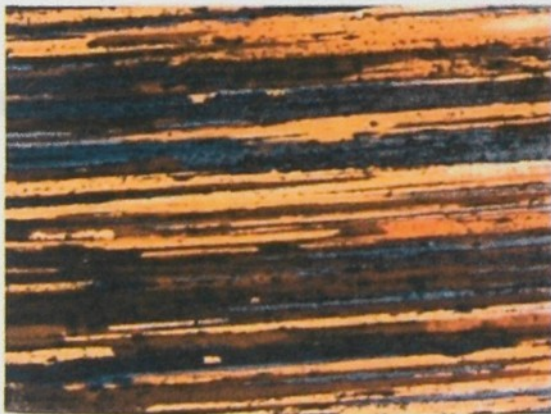


Fig. 5-10. Microstructure of the non-recrystallized fine fibrous structure in a bar 11 mm in diameter made of AlCuMg2 alloy ($\times 100$).

Fig. 5-11. Microstructure of the non-recrystallized fine fibrous structure in the central region of a bar of AlZn7.5Mg alloy ($\times 100$).

Chapter 5

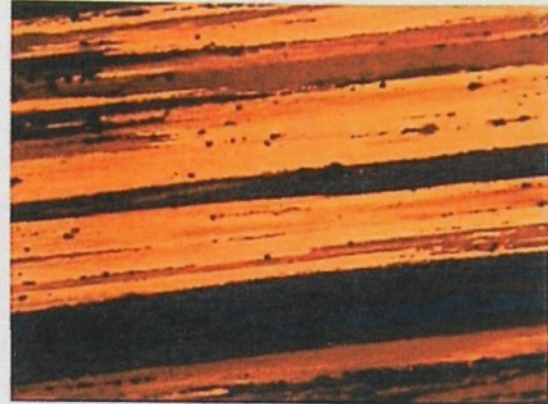


Fig. 5-12. Microstructure of thicker fibres of the non-recrystallized structure in a bar 35.5 mm in diameter made of AlZn6.5Cu1.5Mg alloy ($\times 100$).

Fig. 5-13. Microstructure of thicker fibres of the non-recrystallized structure in the central part of a bar of AlZn6.5Cu1.5Mg alloy ($\times 100$).

5.4. The recrystallized structure

The characteristics of the deformed conditions indicate that the material is in the unstable condition. During deformation, the free enthalpy of the system increases by the stored deformation energy, formed mainly by lattice defects. Consequently, when the strain-hardened material is annealed (heating to a specific temperature for a specific period of time), thus supplying activation energy to the material, the stored strain energy is gradually released and the free enthalpy of the system decreases. According to the nature of the phenomena taking place, the amount of released energy and the changes of the properties of metals, taking place in the material, there are two stages: recovery and recrystallisation.

Recovery starts with the displacement and a decrease of the number of vacancies. However, the deformation nature of the grains does not change. Recovery results in the establishment of the initial value of electrical resistance (it becomes equal to the condition prior to deformation) and structural stress decreases.

Recrystallisation is the formation of new grains in the original matrix of the deformed material, associated with a large decrease of dislocation density. During recrystallisation, nuclei of new grains without any signs of deformation form in the areas with the most favourable energy parameters (areas with the highest deformation). The recrystallized grains gradually replace the original deformed structure in the entire volume of the material. There are large changes in the structure of the material, with the formation of new equiaxed small grains. The stored strain energy is the driving force of recrystallisation and when this energy is high (the degree of deformation of the material is higher), recrystallisation takes place at a lower temperature or its rate is higher.

Chapter 5

5.6. The partially recrystallized structure

The partially recrystallized condition can be characterised as partially softened, with the material characterised by the formation of new (non-deformed) grains in the matrix of the deformation texture, but the recrystallisation process is not completed, i.e. the material still contains in certain areas a fibrous, non-recrystallized structure (the remnants of the deformation texture).

From the viewpoint of the resultant volume of recrystallisation in the material, the partially softened conditions can be divided into two types:

a. The partially recrystallized structure – the volume (area) occurrence of the newly formed grains is smaller than 50% of the total volume, the structure may be characterised by the formation of a very small number of grains in the fibrous deformed structure or it may contain completely recrystallized grains in combination with areas of the deformed fibrous structure.

b. The partially non-recrystallized structure – the volume (area) fraction of the newly formed grains is greater than 50%, the structure contains in certain areas the residual deformation fibrous structure in the main matrix of the newly formed non-deformed grains.

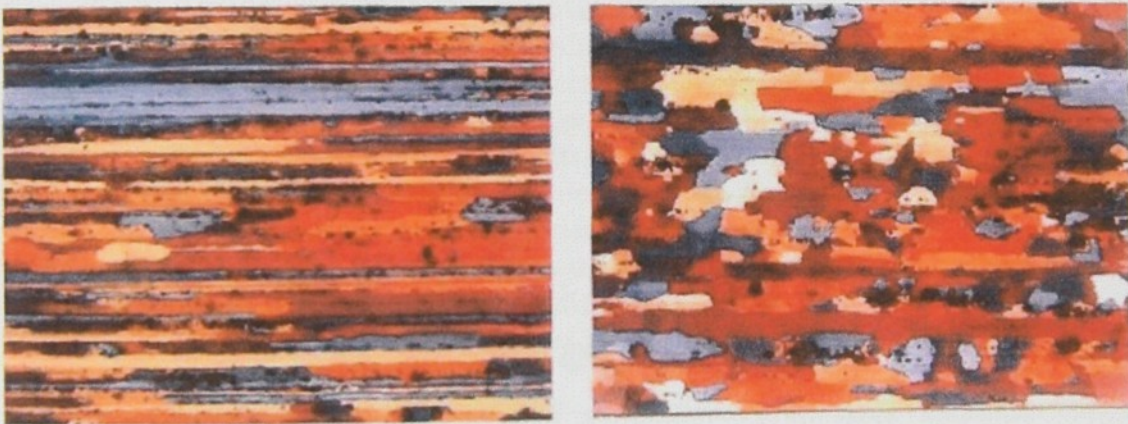


Fig. 5-24. The partially recrystallized structure in a bar 11.2 mm in diameter made of AlCu4MgMn alloy. The area of the fibrous non-recrystallized structure shows a very small number of new grains ($\times 100$).

Fig. 5-25. The partially non-recrystallized structure of a bar in AlZn6MgCu1.5 alloy. The recrystallized structure contains a small number of areas with a fibrous non-recrystallized structure ($\times 100$).

Grains in Aluminium and Its Alloys in the Cast and Formed Condition

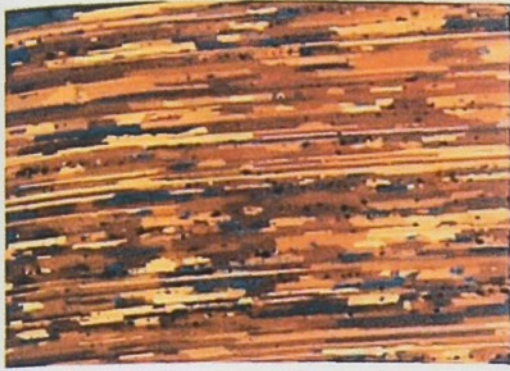


Fig. 5-26. The partially recrystallized structure of a bar 36 mm in diameter made of AlZn6MgCu1.5 alloy. The photograph shows the annulus area of the bar with fine bands of the non-recrystallized structure ($\times 50$).

Fig. 5-27. Partially recrystallized structure of a bar 36 mm in diameter made of AlZn6MgCu1.5 alloy. The photograph shows the annulus area of the bar with thicker bands of the non-recrystallized structure ($\times 50$).

5.7. Anomalous structures of the recrystallized grains

Because of different conditions in both forming (different degrees of deformation, anisotropy of the properties in the cross-section, etc.) and in recrystallisation (long-term annealing, nonuniform annealing conditions, etc.), the resultant grains are not always regular and of the same size. Consequently, there are various deviations in the size, distribution and shape of the recrystallized grains.

The anomalies of the grains can be characterised as follows:

– **the wide scale condition**, i.e. the presence of randomly distributed individual large grains in the region with fine grains, the difference in the grain size is minimum 4–5 numbers on the ASTM scale. The latter grains occupy less than 5% of the area.

– **the bimodal condition**, i.e. the presence of two different grain sizes randomly distributed in such a manner that the grain size differs by more than 4 ASTM numbers.

– **the necklace condition**, i.e. the presence of individual large grains surrounded by rings of fine grains, with the size of the large and fine grains differing by more than 3 or more ASTM grain size numbers.

– **the band condition**, i.e. the presence of bands consisting of grains of different size with the grain size differing by 3 or more ASTM grain size numbers.

– **twinning in the grains** – in twinning, in contrast to the slip mechanism, the atoms in part of the crystal are shifted only through a part of the atomic spacing so that a symmetric lattice region forms, i.e. a twin.

– **the large grains in the entire volume**, i.e. in the specific conditions (low

Chapter 5

deformation, long-term annealing, etc.) large grains may form in the entire volume of the products.

- **the coarse-grained surface layer**, i.e. the coarse-grained surface layer formed on pressed bars or pipes penetrating into differing depths of the pressing where it changes to the fibrous non-recrystallized structure. It is characteristic of aluminium alloys and is determined by the method of pressing and friction between the material and the pressing tool.

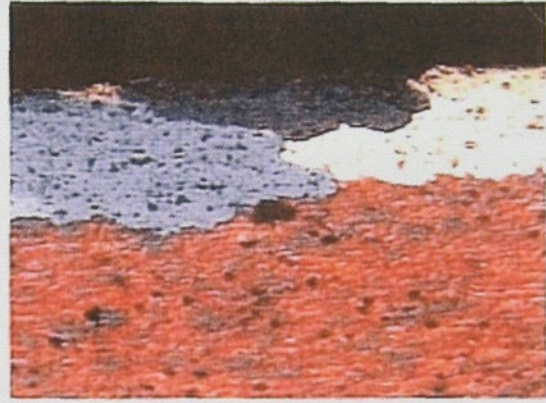
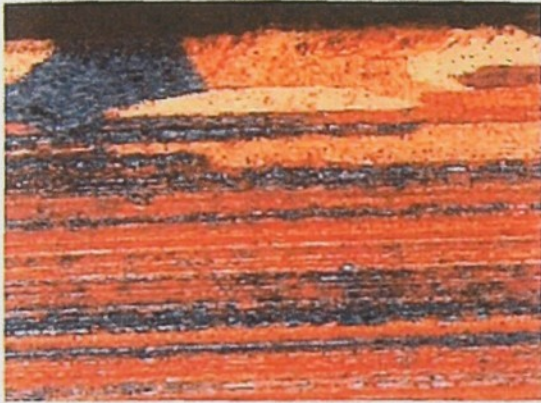


Fig. 5-28. The surface coarse-grained recrystallized layers with transition to the non-recrystallized structure in the longitudinal section of AlZn7.5Mg alloy ($\times 100$).

Fig. 5-29. The surface coarse-grained recrystallized layer with transition to the non-recrystallized structure in the cross-section of AlCuMgPb alloy ($\times 100$).

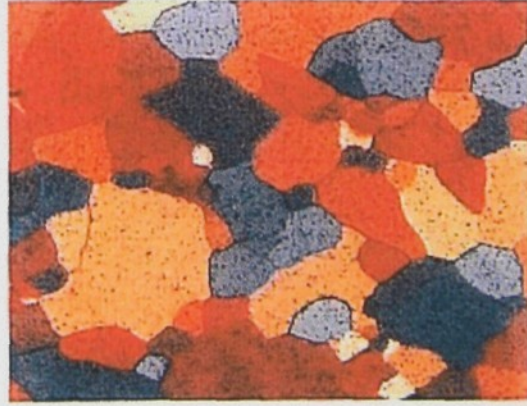


Fig. 5-30. The wide-scale condition in AlMg5 alloy. In the grains with a size of 40–50 μm there are grains with a size of 120–130 μm ($\times 100$).

Fig. 5-31. The bimodal condition in AlMg5 alloy, showing randomly distributed grains with a size of 30–50 μm , and grains with a size of 141–150 μm ($\times 100$).

Grains in Aluminium and Its Alloys in the Cast and Formed Condition



Fig. 5-32. Twinning of grains in AlMg5 alloy ($\times 100$).



Fig. 5-33. Coarse grains in the entire cross-section of Al99.5 alloy ($\times 100$).



Fig. 5-34. The necklace condition of the grains in Al 99.5 alloy ($\times 65$).



Fig. 5-35. The band conditions in Al99.5 alloy. The presence of bands with a size of 150–170 μm and 40–60 μm ($\times 100$).

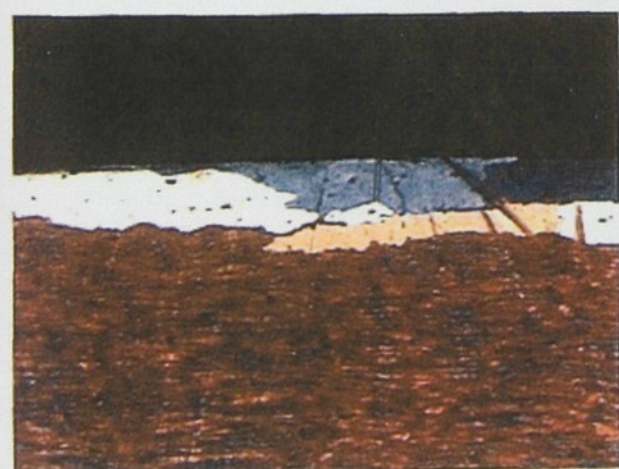


Fig. 5-36. The surface coarse-grained recrystallized layer with transition to the non-recrystallized structure in the cross-section of AlZn6MgCu1.5 alloy. The coarse-grained layer penetrates into a depth of no more than 130 μm ($\times 100$).

Alusuisse Děčín, s.r.o.

Česká společnost pro nové materiály a technologie

Hutnícka fakulta, Technická univerzita Košice

Slovenská hutnícka spoločnosť

Buhler, Illinois - USA

HANYKO Praha, s.r.o.

Igor Láník - Techservis Boskovice

Pyrotek CZ, s.r.o.

Nikon - Optoteam, s.r.o.

II. mezinárodní konference

ALUMINIUM 2001

sborník přednášek

Děčín - Střelnice

3. - 5. říjen 2001

Utilising of the Colour Contrast in the Aluminium Alloys for Structure Identification

Štefan Michna¹, Ivan Lukáč²

1 - Alusuisse Ltd. Děčín, Czech Republic

2 - Faculty of Metallurgy, Technical University of Košice, Slovak Republic

Abstract

In the presented contribution we have aimed on the possibility to obtain and utilise of the colour contrast in the aluminium alloys in the cast and wrought stage for structure identification. Ours results have been proved by EDX analyses.

Key words: *colour metallography, colour contrast, colour etching, aluminium alloys, anomaly structures, EDX analyses, polarising light.*

Introduction

Information that we can obtain during metallography analyses can we expressive spread by using colour contrast technique in the metallography. The term colour metallography we would understand as the collection methods light metallography microscopy that exploit colour contrast as a source new information about structure with the comparing classical methods. With the development of the colour photography have arisen suitable conditions for utilising colour contrast in the light metallography and the first works connecting colour metallography were published between 70 – 80ties last century.

Possibilities development and utilising colour contrast at aluminium alloys

Colour contrast can be nature or developing. We will busy with developing colour contrast of aluminium alloys. We can obtain colour contrast in metallography of aluminium alloys by following ways [1].

1. Using polarised light, interference picture.
2. Sample surface arrangement – colour etching.
3. Sample surface arrangement – vapour deposition of the interference layer.
4. Combination different methods e.g. anodic oxide coating + polarised light.

At colour etching technique arising during chemical reaction between etchant and metallographic sample surface transparent film that have function of the interference layer. Thickness of this layer depends, except another factors, on the chemical composition of the metallographic sample, better say on the chemical composition local area of the etching surface. Different chemical composition of the micro-areas caused that we obtain different thickness layers and such a way also different colours in the light microscopy observation. For aluminium alloys have been tested some sorts of the etchants that have given very good colour contrast results ,Tab. 1 [2].

Table 1 : Etchants for aluminium alloys

Etchant composition	Preparing and using of the etchant
8 g KMnO_4 2 g NaOH 200 ml aqua distillate	Etchant can be used max. 3 hours after preparing Etching 20 – 90 seconds
6 g $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 5 ml HCl 4 g NH_4FHF 200 ml aqua distillate	Etchant can be used max. 24 hours after preparing Etching 30 – 60 seconds
1. stage : 10 ml H_3PO_4 90 ml aqua distillate 2. stage : 6 g $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10 ml HCl 4 g NH_4FHF 200 ml aqua distillate	1. stage : etching 5 – 15 minutes 2. stage : etching 60 – 90 seconds Etchant temperature 20 – 24 °C
10 g KMnO_4 1 - 2 g NaOH 200 ml aqua distillate	Etchant can be used max 2 hours after preparing Etching 1 – 2 minutes
1. stage : 10 ml H_3PO_4	1. stage : etching 5 - 15 minutes

90 ml aqua distillate 2. stage : 8 g KMnO_4 2 g NaOH 200 ml aqua distillate	2. stage : Etchant can be used max. 2 hours after preparing Etching 1 – 2 minutes
8 g KMnO_4 2 g NaOH 2 g KOH 200 ml aqua distillate	Etchant can be used max. 2 hours after preparing Etching 1 – 2 minutes
24 g NH_4FHF 10 ml HCl 1000 ml aqua distillate 1 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$	Etching 30 – 60 seconds

Preferences that granted colour contrast at aluminium alloys we could utilise in the following sphere of the structure evaluation [3] :

- grain size and morphology after recrystallisation , judge the depth of the rough recrystallisation layer
- reveal chemical composition dendrites cells inhomogeneity and such a way to enable homogenisation quality
- reveal the primary and secondary crystallisation directions
- aluminium alloys individual phases colour identification
- identification non- dissolved metal or master alloys particles e.g. Zr , Cr , Si , Pb
- identification on the base Fe particles penetrated during forming processes
- colour distinguishing individual particles presented in aluminium alloys
- identification of the enriched or impoverished surface zone at casting ingots , structural inhomogeneity in material

Some examples of utilising colour contrast at anomaly structures of aluminium alloys

In Fig. 1 are presented anomaly structure of eutectic AlSi11Mg0.3 alloy, cast condition, with non suitable machinability. The chemical composition was 10.612 % Si, 1.0348 % Fe, 0.1347 % Cu, 0.1643 % Mn, 0.3479 % Mg, 0.0682 % Zn, 0.0265 % Zn, 0.0265 % Ti, 0.00078 % Na, 0.0 % Sr, 0.0099 % Sb, 0.0007% Zr, rest Al. In the structure are visible long needles. It proved that modification had not been realised. Very interesting have been presence big crystalline grey particles. EDX analyses have proved that these particles have been enriched by high content of Fe. There have been presented also peaks of Si and Al. We have supposed intermetallic phase $FeSiAl_5$ that could be presented if the content of Fe is higher than 0.5 %. Presence of Si and intermetallic phase such forms significantly reduce mechanical properties in this alloy. Samples for microstructure observing were prepared in two steps:

- a. etching in the solution 10 % H_3PO_4 – 10 minutes
 - b. etching during 30 sec. in the solution made of 8 g $KMnO_4$ + 2 g NaOH + 200 ml aqua distillate.
- Observing was realised in the optical microscopy in the light field by using Normansky contrast.

In the Fig. 2 is presented non-modificated hypoeutectic silumin anomaly structure with the presence large oxide film. Presence of oxide film during solidification gives rise to heterogeneous crystallisation and due to different chemical compositions in local areas. Results from the view of the microstructure are that inside of oxide film we can find longer dendrites than outside of oxide film. Samples had following chemical composition: 9.6277 % Si, 0.7712 % Fe, 1.8083 % Cu, 1.93 % Mn, 0.3165 % Mg, 0.6767 % Zn, 0.0263 % Ti, 0.0 % Na, 0.009 % Sb, 0.0017 % Zr, rest Al. Sample for microstructure observing was prepared in two steps:

- a. etching in the solution 10 % H_3PO_4 – 10 minutes
 - b. etching during 30 sec. In the solution made of 8 g $KMnO_4$ + 2 g NaOH + 200 ml aqua distillate.
- Observing was realised in the optical microscope in the light field by using Normansky contrast.

Fig. 3 presented modified hypoeutectic silumin structure with the presence large number oxide films in the shape of the non-regular networks and dendrite porosity [5]. Such structure proves non-acceptable technology for that alloy. The reason is in the non-suitable degasification and removing oxide films before casting. Samples made of AlSi7Mg0.3 alloy (DIN EN 1706) with the following chemical composition: 7.10 % Si, 0.123 % Fe, 0.0025 % Cu, 0.321 % Mg, 0.149 % Ti, 0.0079 % Zn, rest Al. Colour etching was made in the solution: 8 g $KMnO_4$ + 2 g NaOH + 200 ml aqua distillate during 30 sec. Observation was realised in the optical microscopy in the light field.

Non-modificated anomaly structure of eutectic AlSi12CuMgNi silumin is presented in the Fig. 4. We can see light and dark blue non-soluble particles of Si. Matrix has brown colour and in the matrix is also visible presence blue coloured needles of Si. Samples was etched in solution made of 8 g

$\text{KMnO}_4 + 2 \text{ g NaOH} + 200 \text{ ml aqua distillate}$ during 30 – 40 sec. Observation was realised in the optical microscopy in the light field.

In the Fig. 5 and 6 we can see the anomaly structures non-modificated hypoeutectic silumin. There are also visible areas with the presence of Si needles, blue coloured that proved wrong casting of alloy. Samples were etched in solution made of $8 \text{ g KMnO}_4 + 2 \text{ g NaOH} + 200 \text{ ml aqua distillate}$. Observation was realised in the optical microscopy in the light field with using Normansky contrast.

Cast anomaly structure of $\text{AlMg}_2\text{Mn}_{0.8}$ alloy is presented in Fig. 7. We can see enriched surface area of the ingots with the presence a lot of blue coloured intermetallic particles. Dendrite are brown coloured. Fig. 8 presents anomaly structure in the nearest locality known as a cold weld area. At both samples the etching was made in solution made of $8 \text{ g KMnO}_4 + 2 \text{ g NaOH} + 200 \text{ ml aqua distillate}$ during 30 – 40 sec. Observation was realised in the optical microscopy in the light field.

Conclusion

Colour metallography is more pretentious as for preparing samples as for higher economic. In spite of these it have some priorities comparing to white-black contrast. They are :

- utilising the colour metallography we can obtain more information about structure of aluminium alloys to comparing the classical methods.
- Colour metallography is enable to give better information about e.g. chemical structure heterogeneity, thermal influenced zones.
- Is enable to save as cost as time for EDX analyses in the case of periodically occurrence of the same structural fault.
- In the condition of accessing modern equipment it is very easy to produce colour structure pictures in the high quality.
- Obtaining pictures are also very decorative articles that can exploit several business aims.

References

- [1] Skočovský P., Farebný kontrast v metalografickej mikroskopii, Slovmetal, Žilina, 1993
- [2] Buehler, Hougardy, Atlas der Interferenzschichten – Metalografie. Oberusel, 1979
- [3] Michna Š., Lukáč I., Možnosť farebnej metalografie k identifikácii štruktúry u niektorých Al zliatin, Acta Metallurgica Slovaca, 1998, 2, 346
- [4] Wang L., Makhlouf M., Apelian D., Aluminium die casting alloys, International Materials Reviews, 1955, 6, 221
- [5] Lukáč I., Michna Š., Struktúrne vady u slitin na bázi Al-Si a jejich identifikace aplikaci fraktografické, EDX a metalografické analýzy, Slevárenství, 2000, 11-12, 579



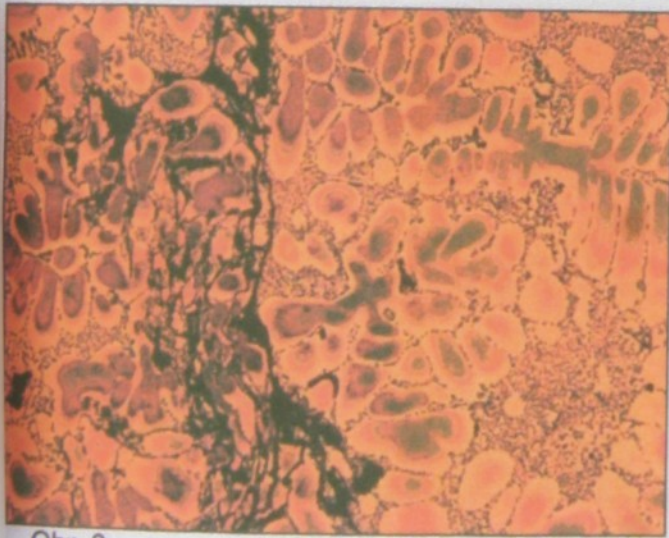
Obr. 1
Fig.1

Zv. 250x
250x



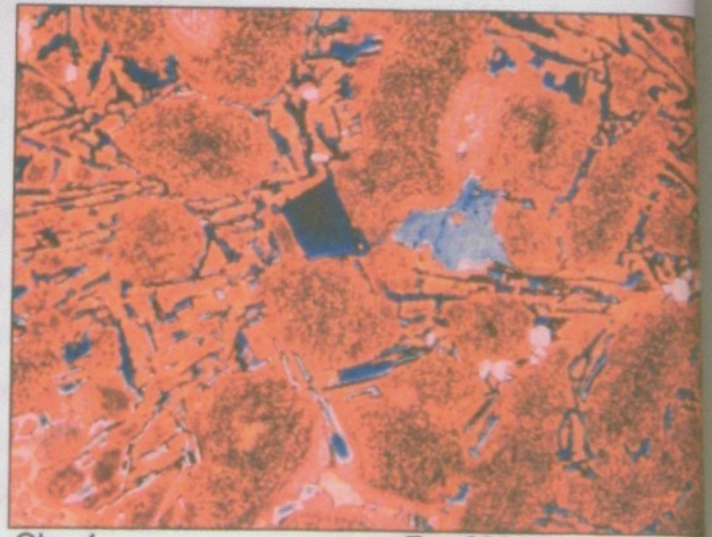
Obr. 2
Fig.2

Zv. 100x
100x



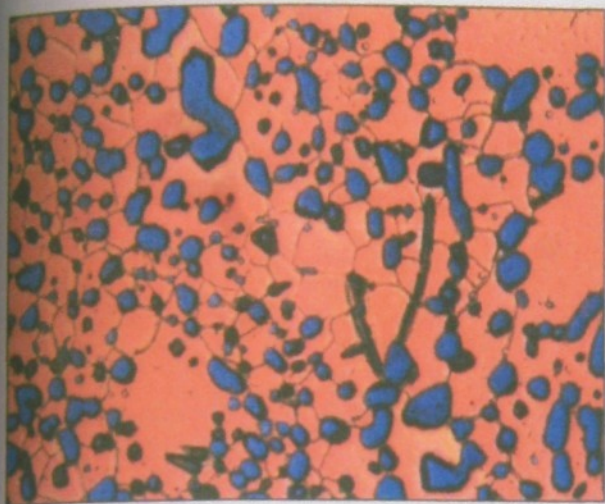
Obr. 3
Fig.3

Zv. 100x
250x



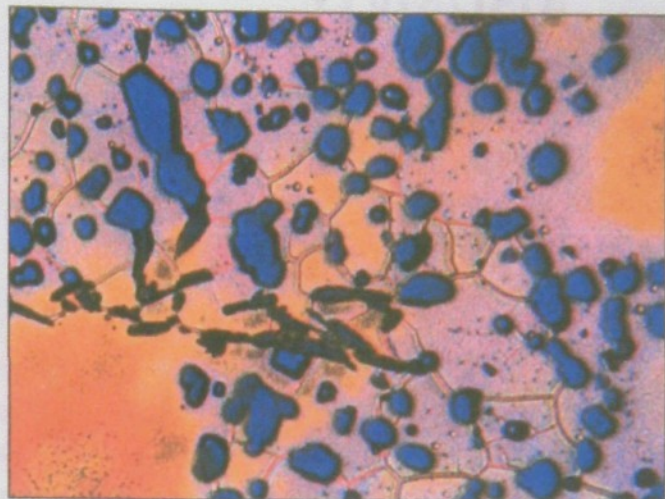
Obr. 4
Fig.4

Zv. 250x
250x



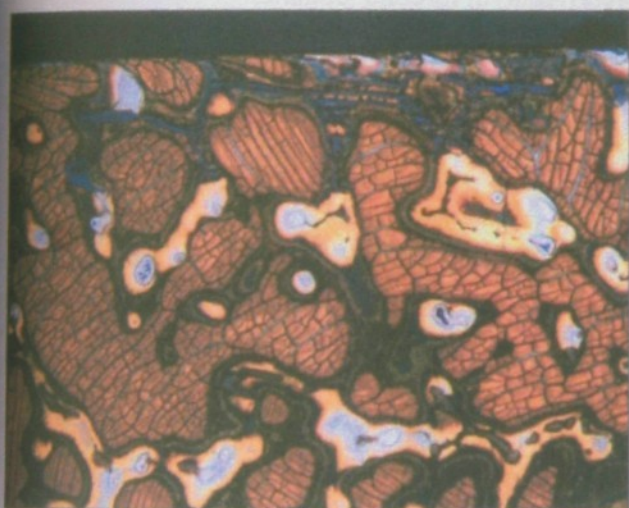
Obr. 5
Fig. 5

Zv. 750x
750x



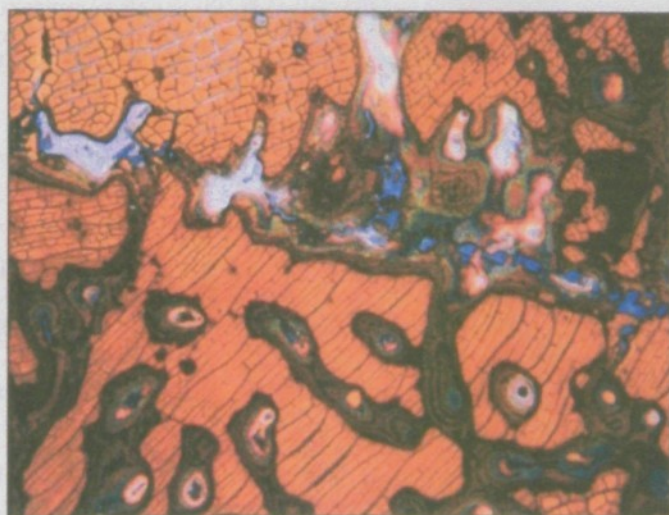
Obr. 6
Fig. 6

Zv. 750x
750x



Obr. 7
Fig. 7

Zv. 200x
200x



Obr. 8
Fig. 8

Zv. 200x
200x

KATOWICE

PAN

POLAND

POLSKA AKADEMIA NAUK
ODDZIAŁ KATOWICE
KOMISJA ODLEWNICTWA

POLISH ACADEMY OF SCIENCES
BRANCH KATOWICE
FOUNDRY COMMISSION

ARCHIWUM
ODLEWNICTWA

ARCHIVES
OF
FOUNDRY

Rok 2006, Rocznik 6, Nr 18 (1/2)

Year 2006, Volume 6, N^o 18 (1/2)

NOVÉ POZNATKY O STRUKTUŘE TVÁŘENÉ SLITINY AlSi12CuMgNi (AA 4032)

M. BAJCURA¹, Š. MICHNA¹, I. LUKÁČ²

¹ Alcan Děčín Extrusions, s.r.o., Česká republika

² Technická univerzita Košice, Hutnícka fakulta
Katedra náuky o materiáloch, Slovenská republika

ABSTRAKT

Práce popisuje jednotlivé strukturální složky slévárenské slitiny AlSi12CuMgNi v tvářeném stavu, identifikované pomocí barevné metalografie a EDX mikroanalýzy. Výsledky jsou porovnávány s teoretickými poznatky o výskytu intermetalických sloučenin u dané slitiny.

Keywords: wrought eutectic silumin, colour metallography, EDX analysis

ÚVOD

Slitina AlSi12CuMgNi patří do skupiny slévárenských slitin na bázi Al – Si se složením v oblasti eutektického bodu (11,3 % Si). Jedná se tedy o eutektický silumin slitiny na bázi Al–Si patří k nejstarším a v současné době vzhledem ke svým vlastnostem i k nejrozšířenějším hliníkovým slévárenským slitinám. Jejich využití je především v oblasti dopravních prostředků, kde první místo zaujímá automobilový průmysl. V posledním období se původem slévárenská slitina dostala i do výrobního programu slitin pro tvářeni a z výše uvedené slitiny se ve společnosti Alcan Děčín Extrusions s.r.o. vyrábí tyče pro další využití v automobilovém průmyslu.

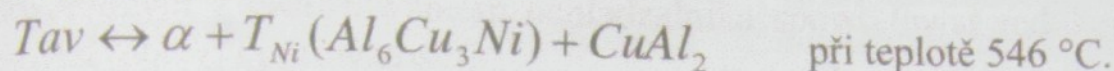
Z hlediska chemického složení se jedná o složitou polykomponentní soustavu s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami, kde hlavně Fe, Mn, Ti a Zn mohou mít vliv na tvorbu různých intermetalických sloučenin.

TEORETICKÝ ROZBOR VÝSKYTU JEDNOTLIVÝCH INTERMETALICKÝCH SLOUČENIN SLITINY ALSI12CUMGNI

Dle teoretických poznatků uvedených v [1] jsou u slitiny AlSi12CuMgNi (AA 4032) v rovnovážném stavu v matici α fáze přítomny tyto intermetalické sloučeniny:

Al_5SiFe , $Al_8Si_6Mg_3Fe$, $W(Al_4CuMg_5Si_4)$, $T_{Ni}(Al_6Cu_3Ni)$, $\epsilon(NiAl_3)$, $\delta(Al_3Ni_2)$ a $CuAl_2$.
 Ve fázi $\delta(Al_3Ni_2)$ se rozpouští Cu.

Protože v této technické slitině se nachází jako nečistota také Fe, dochází i ke vzniku intermetalické fáze Al_7Cu_2Fe , která při teplotě 530 °C je schopna rozpustit do 6,8 % Ni. V ternárním systému Al – Cu – Ni dochází k následující eutektické reakci s vytvořením ternárního eutektika:



Z hlediska posouzení výsledků EDX analýz a s přihlédnutím na strukturu získanou barevným leptáním je důležité poznat chemické složení přítomných strukturálních složek této slitiny, tak jak jsou uvedené v teorii. V následující tabulce č. 1 je to přehledně uvedené.

Tabulka č. 1: Chemické složení přítomných strukturálních složek u slitiny AlSi12CuMgNi dle literárních zdrojů

Table 1. Chemical composition of structural intermetallic phases of the AlSi12CuMgNi alloy according to literature

Intermetalická sloučenina / prvek	Hmotnostní % jednotlivých prvků						
	Al	Si	Fe	Mg	Cu	Ni	Zn
Al_5SiFe	61,7	12,8	25,5	-	-	-	-
$Al_8Si_6Mg_3Fe$	42,1	32,8	10,9	14,2	-	-	-
$W(Al_4CuMg_5Si_4)$	26,7	27,6	-	30,0	15,7	-	-
$T_{Ni}(Al_6Cu_3Ni)$	39,4	-	-	-	46,3	14,3	-
$\epsilon(NiAl_3)$	58,0	-	-	-	-	42,0	-
$\delta(Al_3Ni_2)$	40,9	-	-	-	-	59,1	-
Al_7Cu_2Fe	50,8	-	15,0	-	34,2	-	-
$CuAl_2$	46,0	-	-	-	54,0	-	-

Prezentované známé literární poznatky jsou staršího data, kdy ještě EDX analýzy nebyly realizované pro určení fázové stavby slitin. Analyzovaná polykomponentní slitina představuje systém s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami (Fe, Mn, Ti, Zn). Písemné informace o stavbě takového strukturálního systému nejsou k dispozici. Proto zjištěné výsledky je možné považovat za průkopnické z hlediska identifikace jednotlivých strukturálních složek s použitím jak barevné metalografie, tak i EDX analýz.

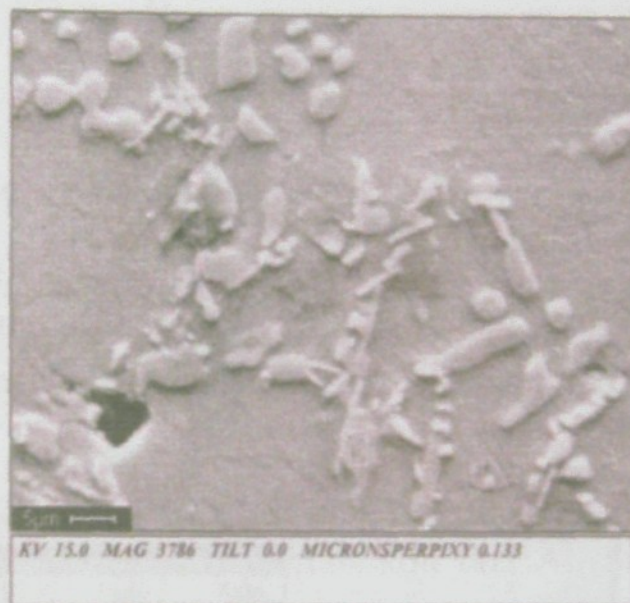
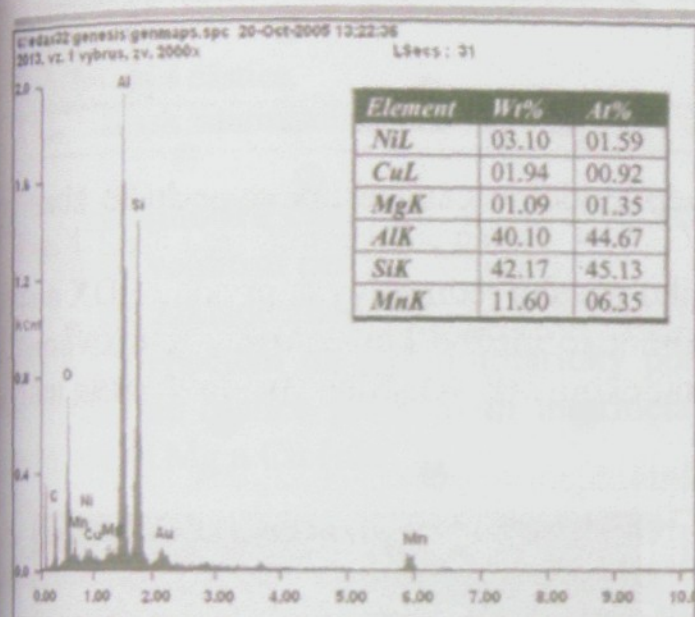
BAREVNÁ IDENTIFIKACE A EDX ANALÝZY JEDNOTLIVÝCH INTERMETALICKÝCH SLOUČENIN U SLITINY ALSI12CUMGNI

Pro identifikaci jednotlivých strukturálních složek u slitiny AlSi12CuMgNi byl použit materiál vyrobený v Alcan Děčín Extrusions, s.r.o. s následujícím chemickým složením: Si – 11,92 %, Cu – 0,991 %, Mg – 1,055 %, Ni – 0,736 %, Fe – 0,21 %, Mn – 0,039 %, Zn – 0,01 %, Ti – 0,014 %, Pb – 0,0129 %, Cr – 0,003 %, Bi – 0,007 %, zbytek Al. Vzorky pro barevnou identifikaci byly mechanicky broušeny a leštěny

leptanin v 10 % H_2SO_4 po dobu 5 minut. Následovalo barevné leptání v roztoku 8 g $KMnO_4$ + 2 g NaOH po dobu cca 30 sekund. Takto připravené vzorky byly pozorovány v polarizovaném světle, byly zadokumentované jednotlivé strukturální složky a následně provedené EDX analýzy.

Jednotlivé strukturální složky, které se při barevné metalografii různě barevně projevovaly, byly z důvodu jejich přesné identifikace v SEM mikroskopu ohraničeny pomocí vpichu mikrotvrdoměrem. Pro identifikaci chemického složení, jakož i pro získání potřebného kontaktu v EDX analyzátoru, byly všechny vzorky napařené Au. Z každé v dalším uvedené oblasti bylo realizováno 10 EDX analýz a reprezentativní výsledky jsou uvedeny u každé jednotlivé strukturální složky v tabulce.

a. **Kostrovité útvary** – jedná se o rozvětvené kostrovité útvary intermetalických sloučenin světle modrého zbarvení.



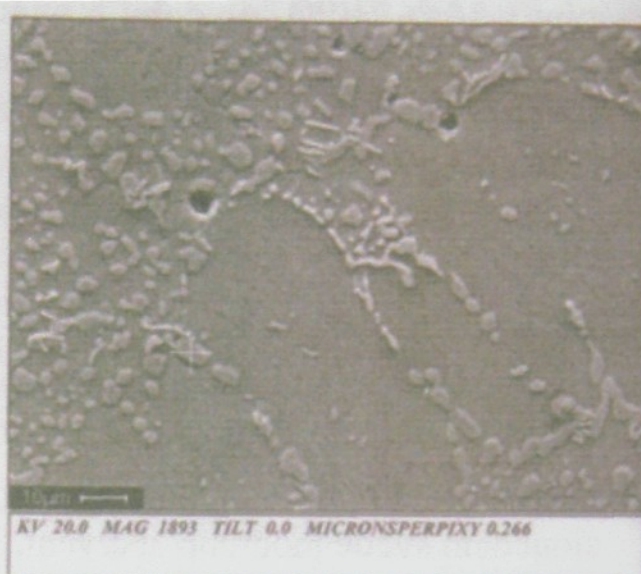
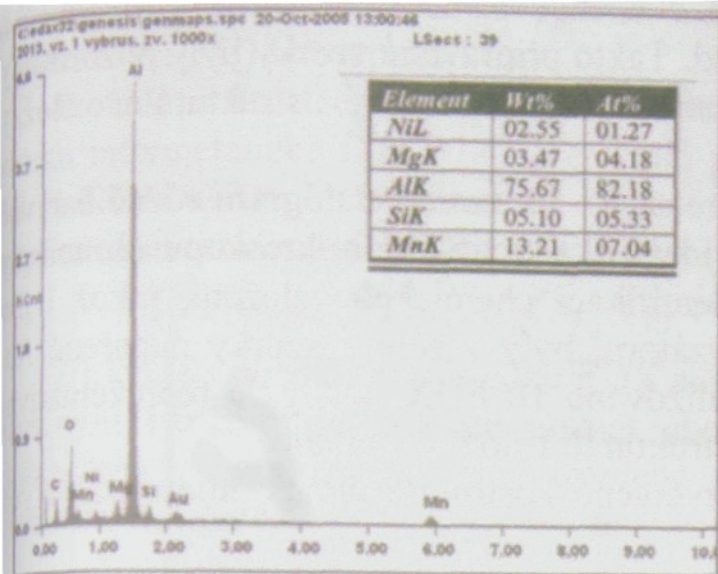
Obr. 1. Kostrovité útvary

Fig. 1. Branched intermetallic phases

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že kostrovité útvary představuje intermetalická fáze Al_7Si_7Mn s malým obsahem prvků Ni, Mg a Cu. Překvapující je obsah Mn v této intermetalické fázi, kterého je ve slitině jen 0,039 % je proto předpoklad, že se kumuluje při tvorbě této intermetalické fáze (obr. 1).

b. **Černé částice** – jedná se o nepravidelné částice černého zbarvení různé velikosti cca 5 – 20 μm .

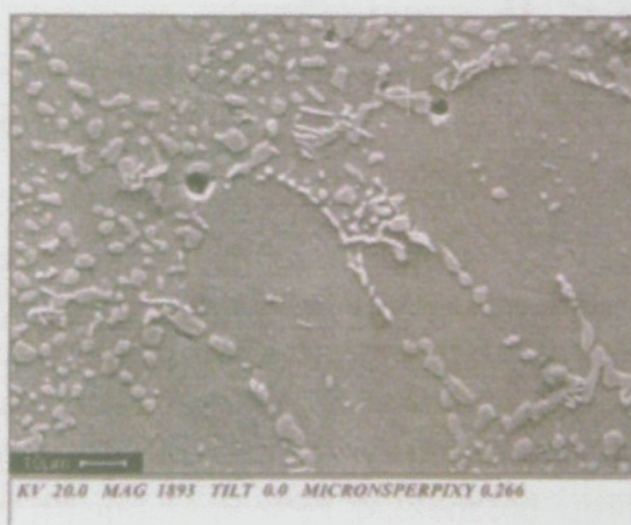
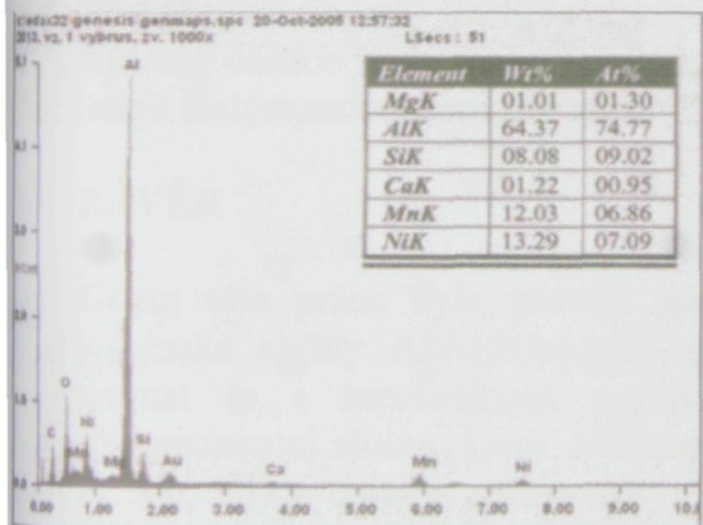
Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že černé nepravidelné částice představují intermetalickou fázi $Al_{12}MnSiMg$ dotovanou malým množstvím Ni (obr. 2).



Obr. 2. Černé částice
Fig. 2. Black intermetallic phases

c. **Tmavomodré částice** – jedná se o nepravidelné částice tmavomodrého zbarvení různé velikosti cca 5 – 30 µm.

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že tmavomodré nepravidelné částice představují intermetalickou fázi $Al_{10}SiNiMn$ dotovanou malým množstvím Mg a Cu (obr. 3).

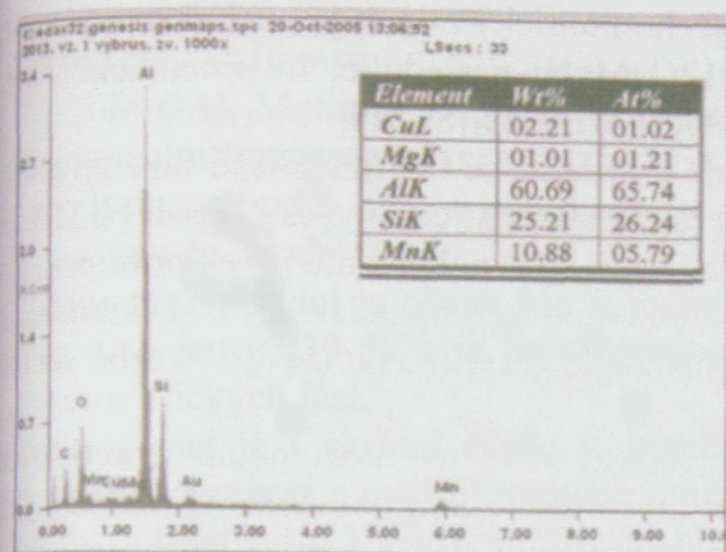


Obr. 3. Tmavomodré částice
Fig. 3. Dark blue intermetallic phases

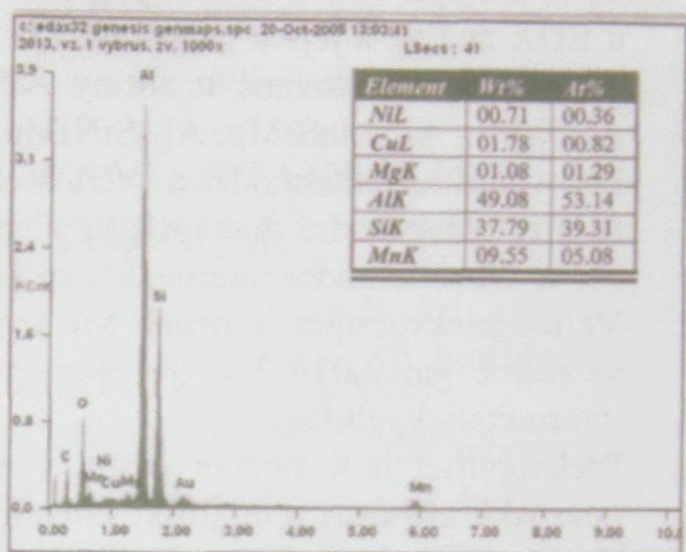
d. **Světlemodré částice** – jedná se o nepravidelné částice světlemodrého zbarvení různé velikosti cca 5 – 30 µm.

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že světlemodré nepravidelné částice představují intermetalickou fázi Al_5Si_2Mn dotovanou malým

množstvím Mg a Cu. Porovnáním tmavomodré a světlemodré intermetalické fáze zjistíme, že pro tmavomodré fáze je charakteristický vysoký obsah Ni (13,29 %) a u světlemodré částice nebyl tento prvek přítomen (obr. 4).



Obr. 4. Světlomodré částice
Fig. 4. Light blue intermetallic phases



Obr. 5. Polykomp. Eutektikum
Fig. 5. Multicomponent eutectic

e. **Polykomponentní eutektikum** – nepravidelné modré částice Si o velikosti 5–15 μm rozložené v tuhém roztoku α .

Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že modré nepravidelné částice rozložené v eutektiku představují intermetalickou fázi $\text{Al}_{11}\text{Si}_8\text{Mn}$ dotovanou malým množstvím Mg a Cu (obr. 5).

4. ZÁVĚR

Cílem této práce bylo provést identifikaci jednotlivých strukturálních složek u slévárenské slitiny AlSi12CuMgNi vyrobené v reálných výrobních podmínkách a porovnat to s teoretickými poznatky uvedenými v literatuře [1]. Jedná se o polykomponentní slitinu, která představuje složitý systém s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami (Fe, Mn, Ti, Zn). Na základě publikovaných teoretických poznatků o uvedené slitině a na základě provedených prací je možné konstatovat následující důležité a nové poznatky o slitině AlSi12CuMgNi vyrobené v reálných podmínkách:

a. Prezentované známé literární poznatky jsou staršího data, kdy ještě EDX analýzy nebyly realizovány pro určení fázové stavby slitin. Písemné informace o stavbě takového složitěho polykomponentního strukturálního systému u dané slitiny však nejsou k dispozici. Proto zjištěné výsledky je možné považovat za průkopnické z hlediska identifikace jednotlivých strukturálních složek s použitím jak barevné metalografie, tak i EDX analýz.

Chemické složení prvních strukturálních složek u slitiny AlSi12CuMgNi podle literárních zdrojů uvedených v tabulce č. 1 neodpovídá skutečně identifikovaným intermetalickým fázím identifikovaných barevnou metalografií a zjištěné pomocí EDX analýz. Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich propočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že byly identifikované u slitiny AlSi12CuMgNi následující intermetalické fáze: Al₇Si₇Mn, Al₁₂MnSiMg, Al₁₀SiNiMn, Al₅Si₂Mn a Al₁₁Si₈Mn.

Porovnáním tmavomodré a světlemodré nepravidelné intermetalické fáze zjistíme, že pro tmavomodré fáze (Al₁₀SiNiMn) je charakteristický vysoký obsah Ni (13,29 %) a u světlemodré intermetalické fáze (Al₅Si₂Mn) nebyl tento prvek přítomen.

Velice překvapující je obsah Mn u jednotlivých intermetalických fází, kterého je ve slitině jen 0,039 % a je proto předpoklad, že se kumuluje při tvorbě těchto intermetalických fází.

Překvapující je i složení částic v eutektiku, které by mělo podle teoretických poznatků zůstat z modifikovaných zrnitých částic Si s obsahem Al rozložených v tuhém roztoku α. Výsledky EDX analýz potvrzují, že se jedná o intermetalickou fázi Al₁₁Si₈Mn dotovanou malým množstvím Mg a Cu.

LITERATURA

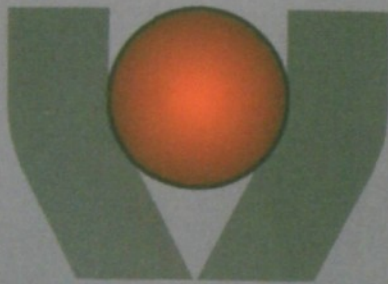
- [1] Mondolfo L.F.: Aluminium Alloys, Structure and Properties, Butterworths, London 1979
- [2] Michna Š., Lukáč I.: Barevný kontrast, struktury a vady u hliníku a jeho slitin, Delta Print Děčín 2003

NEW KNOWLEDGES ABOUT THE STRUCTURE OF WROUGHT ALUMINIUM ALLOY AlSi12CuMgNi (AA4032)

SUMMARY

The paper refers to particular structural components of wrought aluminium casting alloy AlSi12CuMgNi which is indentify by colour metalography and EDX microanalysis. The results are compared with theoretical experience about the intermetallic phases occurence in studied alloy.

Recenzował: Prof. Władysław Orłowicz



Acta Metallurgica Slovaca

KOŠICE, MIMORIADNE ČÍSLO
SPECIAL ISSUE

2/1998

ROČNÍK 4.

POSSIBILITY OF COLOUR METALOGRAPHY TO IDENTIFICATION OF SOME PHASES IN Al ALLOYS

Michna Š.¹, Lukáč I.²

¹Alusuisse Děčín

²Department of Materials Science, Faculty of Metallurgy, Technical University Košice

MOŽNOSŤ FAREBNEJ METALOGRAFIE K IDENTIFIKÁCI ŠTRUKTÚRY U NIEKTORÝCH Al ZLIATIN

Michna Š.¹, Lukáč I.²

¹Alusuisse Děčín

²Katedra náuky o materiáloch, Hutnícka fakulta, Technická univerzita Košice

Abstract

The use of the special etching solution were investigated in order to obtain different colours of the some phases in two aluminium alloys - AlCu4MgMn and AlSi 10. In the case of AlCu4MgMn alloy the different content of alloying elements in dendritic alpha-phase cells was identified. In AlSi 10 alloy the present of FeAl₃ and Si with different colours was obtained.

1. Úvod

Informácie o intermetalických fázach, ich rozložení a množstve, resp. o prítomnosti jednotlivých legujúcich prvkov v dendritických bunkách sú u zlievarenských hliníkových zliatin veľmi dôležité. Na základe ich analýzy a správnej interpretácie je možné urobiť potrebné zásahy, či už v taviarenskom a zlievarenskom procese, alebo v prípade tepelne spracovateľných zliatin, v technológii tepelného spracovania.

Procesná identifikácia intermetalických fáz cestou klasickej optickej metalografie je v podstate nemožná. To isté je možné tvrdiť i o prípade posúdenia obohatenia dendritických buniek legujúcimi prvkami.

Jednou z možností riešenia týchto otázok je aplikácia farebnej metalografie, presnejšie povedané farebného leptania u hliníkových zliatin so spätným overením získaných farebných efektov napr. EDX analýzou.

Prezentovaný príspevok je venovaný problematike tejto metódy pre dve zliatiny a AlCu4MgMn a AlSi 10.

2. Farebné leptanie AlCu4MgMn a AlSi 10, metodika a výsledky

2.1 Metodika leptania a dosiahnuté výsledky u zliatiny AlCu4MgMn

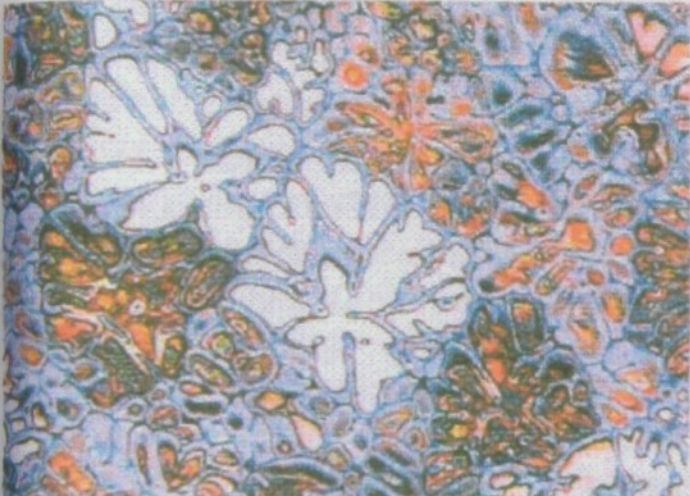
- hrubé a jemné brúsenie do zrnitosti papiera 800,
- elektrolytické leštenie v elektrolyte pozostávajúcom z : 500 ml etanolu, 7,5 ml konc. HNO₃, 22 ml HClO₄, po dobu 25 sekúnd, pri napätí 40 V,
- oplach destilovanou vodou,
- farebné leptanie v roztoku pozostávajúcom z : 8 g KmNO₄, 2 g NaOH, 200 ml destilovanej vody

Pri aplikácii tohto roztoku po dobu 45 sek. získame slabší farebný efekt, pri aplikácii po dobu 60 sek. silnejší farebný efekt. Je potrebné poznamenať že tento roztok musí byť čerstvo pripravený a jeho použiteľnosť je cca do 2 hodín. Teplota aplikovaného roztoku je cca 20°C,

e/ po ukončení leptania nasleduje oplach v destilovanej vode, metylalkohole a osušenie.

Na dokumentovaných obrázkoch (obr.1) pre túto zliatinu sú viditeľné rôzne farby. Dendritické bunky, ktoré sa pomocou uvedenej aplikovanej metódy naleptali bielo, majú zvýšený obsah Cu, u dendritických buniek naleptaných hnedo, bola dokázaná zvýšená prítomnosť Si.

AlCu4MgMn



150 x



300 x

Obr.1

2.2 Metodika leptania a dosiahnuté výsledky u zliatiny AlSi 10

a/ hrubé, jemné brúsenie a leštenie,

b/ oplach destilovanou vodou,

c/ farebné leptanie pozostávajúce z dvoch fáz: 1/ leptanie v 8 až 10% roztoku H_3PO_4 po dobu 10 až 15 minút za stáleho miešania roztoku. Po tejto fáze nasleduje okamžitý oplach v destilovanej vode a 2/ farebné leptanie v roztoku pozostávajúceho z :

6g $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$, 10 ml konc. HCl, 4g NH_4FHF , 200 ml destil. vody

Leptanie sa realizuje po dobu 1 až 1,5 min., teplota letpadla cca 20°C.

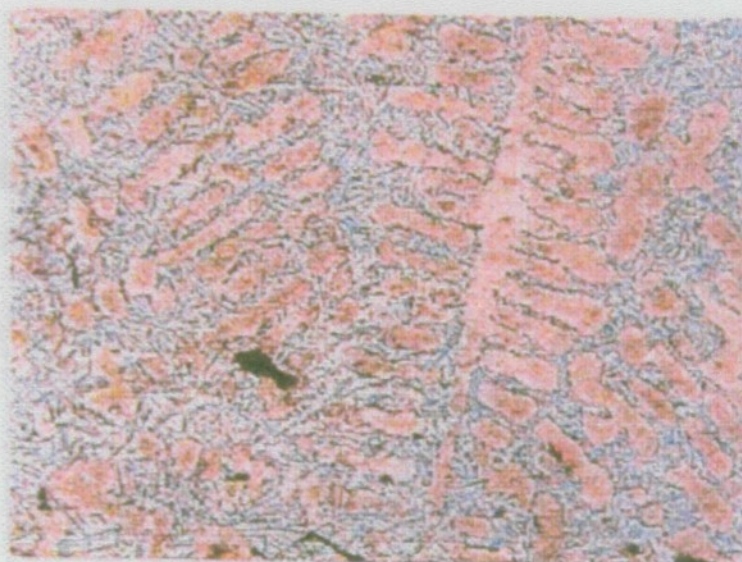
d/ oplach v destilovanej vode, metylalkohole a osušenie. Aplikovateľnosť posledne uvedeného leptadla je 24 hodín od jeho prípravy.

Na dokumentovaných snímkoch pre túto zliatinu (obr.2) vidíme výrazne modré zafarbenie prítomných častíc Si a hnedé zafarbenie častíc $FeAl_3$.

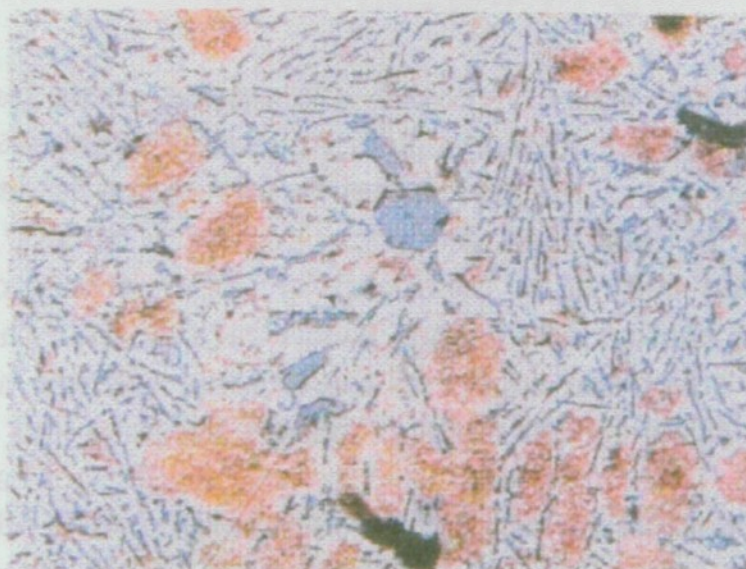
3. Záver

Vhodnou metodikou leptania je možné u analyzovaných dvoch zlievarenských zliatin získať výrazný farebný kontrast, ktorý nám umožňuje v prípade zliatiny AlCu₄MgMn posúdiť nalegovanie dendritických buniek legujúcim prvkom a tým i analyzovať tepelné spracovanie tejto zliatiny. V prípade zliatiny AlSi 10 odlišiť častice Si od iných intermetalických fáz, predovšetkým od škodlivej intermetalickej fázy $FeAl_3$.

AlSi 10



150 x



200 x



300 x

Obr.2



Acta Metallurgica Slovaca

KOŠICE, MIMORIADNE ČÍSLO 3/1998
SPECIAL ISSUE

ROČNÍK 4.

USE OF COLOUR CONTRAST IN ALUMINIUM ALLOYS METALOGRAPHY

Michna Š.¹, Lukáč I.²¹Alusuisse Děčín, Děčín, Czech Republic²Department of Material Sciences, Faculty of Metallurgy, Technical University in Košice, Košice, Slovakia

VYUŽITÍ BAREVNÉHO KONTRASTU V METALOGRAFII HLINÍKOVÝCH SLITIN

Michna Š.¹, Lukáč I.²¹Alusuisse Děčín, Děčín, Česká republika²Katedra náuky o materiáloch, Hutnícka fakulta, Technická univerzita v Košiciach, Košice, Slovenská republika

Abstract

Use of colour contrast in aluminium alloys metallography as well as the sample preparation is described in this contribution.

1. Úvod

Nejstarší a nejpoužívanější experimentální technika zkoumání kovů a jejich slitin je světelná metalografická mikroskopie. Její podstatou je pozorování a fotografické dokumentování různých stavů a projevů vnitřní stavby kovů a slitin, získané odrazem světelných paprsků od speciálně připraveného povrchu rovinného metalografického výbrusu, který využívá na odlišení strukturálních součástí černobílý kontrast [1].

Informační a vypovídající schopnost struktur může výrazně rozšířit barevný kontrast, který je možné získat povrchovou úpravou metalografických vzorků (barevné leptání, napařování) a nebo úpravou povrchu vzorku (anodická oxidace) s následným využitím dostupného přídavného zařízení světelného mikroskopu (polarizované světlo).

Barevný kontrast se v metalografii všeobecně a zvláště v metalografii hliníkových slitin využívá velice zřídka nebo se nevyužívá vůbec. V podmínkách naší metalografické laboratoře se běžně využívá barevný kontrast při vyhodnocování rekrystalizace, velikosti a tvaru zrna. Jsou vypracovány postupy a metodika vyhodnocování. V dalších oblastech se připravuje využití barevného kontrastu a probíhají experimenty s cílem dalšího využití při vyhodnocování hliníkových struktur.

2. Možnosti vyvolání a využití barevného kontrastu u hliníkových slitin

Barevný kontrast může být přirozený nebo vyvolaný. Dále se budeme věnovat pouze vyvolanému barevnému kontrastu u hliníkových slitin. Pro získání barevného kontrastu v metalografii hliníkových slitin existuje několik alternativ, které budou podrobněji popsány s oblastmi použití.

Jde o následující alternativy získání barevného kontrastu :

- způsobem osvětlení vzorku - polarizované světlo,
- úpravou povrchu vzorku - barevné leptání,
- úpravou povrchu vzorku - napařené interferenční vrstvy.

Barevnou metalografií hliníkových slitin se získávají nové poznatky o struktuře nebo rozšiřují a upřesňují poznatky o struktuře v porovnání s černobílým obrazem. Přednosti, které poskytuje barevný kontrast u hliníkových slitin, lze hlavně využít v následujících oblastech hodnocení struktury:

- hodnocení rekrytalizace - rekrytalizovaná, nerekrystalizovaná a částečně rekrytalizovaná struktura,
- velikost a tvar rekrytalizovaného zrna,
- posuzování hloubky hrubozrnné rekrytalizované vrstvy,
- odhalení nehomogenity v chemickém složení dendritických buněk,
- odhalení hlavních a vedlejších krystalizačních směrů při lití u globulitického zrna a u sloupcovitých, peříčkovitých nebo eliptických zrn,
- barevná identifikace jednotlivých druhů fází u hliníkových slitin,
- identifikace nerozpustných částic kovů nebo předslitin (Si, Cr, Pb ...),
- barevné rozlišení jednotlivých typů vměstků u hliníkových slitin.

Ve všech výše uvedených případech lze dosáhnout velice výrazný a kvalitní barevný kontrast a plně využít přednosti, které poskytuje barevná metalografie. Jednotlivé oblasti hodnocení barevného kontrastu u struktur budou podrobněji popsány u jednotlivých způsobů získávání barevného kontrastu.

3. Polarizované světlo u hliníkových slitin

V současnosti je většina mikroskopů vybavená dvěma Nicolovými hranoly, z nichž jeden slouží jako polarizátor a druhý jako analyzátor. Jejich vzájemnou polohu je možné natáčet. Odliší se tak opticky izotropní a opticky anizotropní látky, které jsou dvojlomné [2].

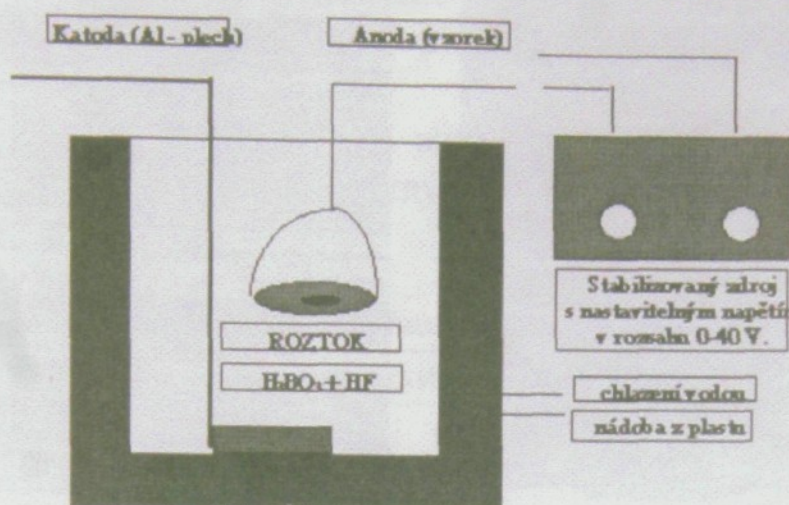
Vzorky hliníkových slitin pro barevné pozorování v polarizovaném světle se musí před samotným pozorováním na mikroskopu podrobit anodické oxidaci (Barkerova metoda). Cílem metody je získat jemný oxidický povlak na povrchu vzorku, který umožní na světelném mikroskopu v polarizovaném světle barevné pozorování a vyhodnocování.

Podstata metody spočívá v tom, že se provede běžná příprava vzorku mechanickým broušením a leštěním. Místo mechanického leštění je výhodnější provést elektrolytické leštění. Po leštění se vzorek, který slouží jako anoda, vodivě spojí hliníkovým drátem (nesmí se použít žádné materiály na bázi železa). Katoda je plech nebo plocháč z čistého hliníku (čistota hliníku min. 99.5 %). Vzorek i hliníkový plech se ponoří do roztoku kyseliny borité a kyseliny fluorovodíkové a propojí se se stabilizovaným univerzálním zdrojem (viz. schéma). Anodická oxidace se provádí při napětí 28 až 30 V (optimum) a proudu 0.7 - 4 A (v závislosti na teplotě roztoku). Teplota roztoku se musí pohybovat v rozmezí 18 až 22 °C. Plocha podrobená anodické oxidaci se opláchně pod tekoucí vodou, alkoholem, ofouká vzduchem a osuší fénem. Takto připravený vzorek umožní barevné pozorování světelným mikroskopem v polarizovaném světle [3].

Popis a schéma zapojení anodické oxidace je na obr. 1.

Polarizované světlo při vyhodnocování struktur hliníkových slitin lze využít především v následujících oblastech :

- hodnocení stupně rekrytalizace,
- velikost a tvar nekrytalizovaného a litého zrna,
- vyhodnocování hloubky povrchové hrubozrnné rekrytalizované struktury.



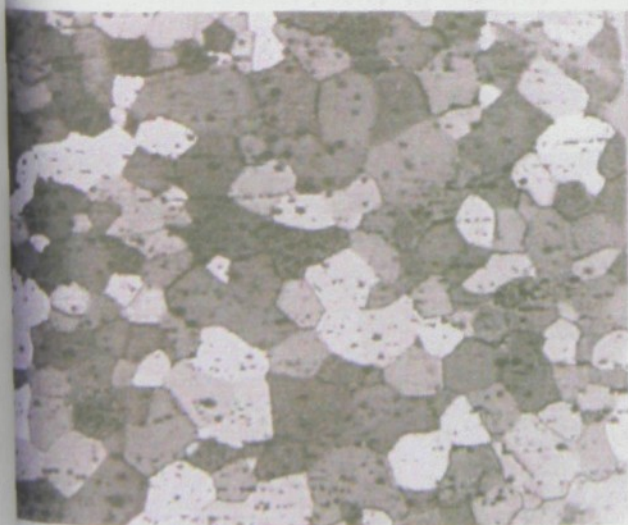
Obr.1 Anodic oxidation flow-chart

Příklady jednotlivých oblastí využití barevného kontrastu při vyhodnocování mikroskopických struktur v polarizovaném světle jsou na snímcích 2 - 7.

Dále je možné použít polarizované světlo při zvýraznění některých druhů fází u některých hliníkových slitin. Příkladem může být slitina $AlTi_5B_1$, kde fáze $TiAl_3$ v polarizovaném světle se zbarví do tmavě fialova (snímek č.8).

Barevné leptání u hliníkových slitin

Při barevném leptání vzniká reakcí mezi leptadlem a povrchem metalografického brusku transparentní film, který má funkci interferenčního povlaku. Hloubka tohoto povlaku bude mimo jiné záviset také na chemickém složení materiálu (plochy výbrusu). S vzdílnou změnou chemického složení jednotlivých mikrolokalit, bude se měnit i hloubka vzniklého povlaku a v důsledku toho i barva jednotlivých mikrolokalit při osvětlení ve světlém poli mikroskopu.



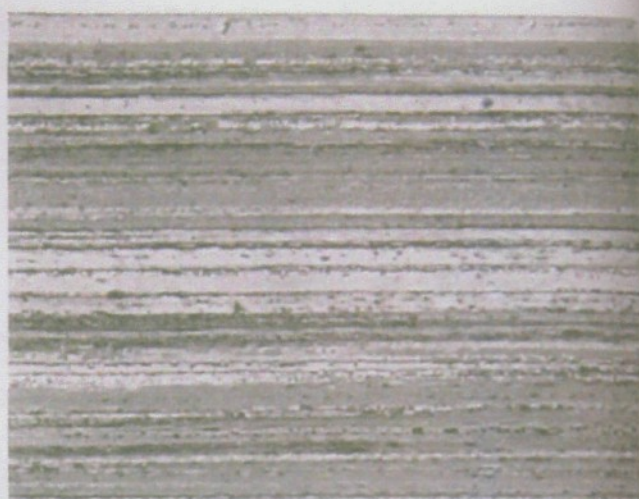
Obr.2 Rekrystalizovaná struktura s globulitickým tvarem zrna u slitiny $AlMg_5$ Zv. 100x



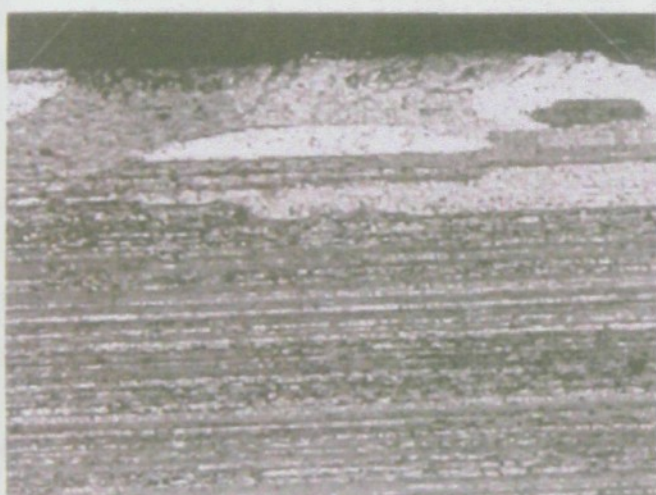
Obr.3 Rekrystalizovaná struktura s protáhlym tvarem zrna u slitiny $AlZnMgCu_{1.5}$ Zv. 100x



Obr.4 Částečně rekrystalizovaná struktura u slitiny AlZnMgCu1.5 Zv. 100x



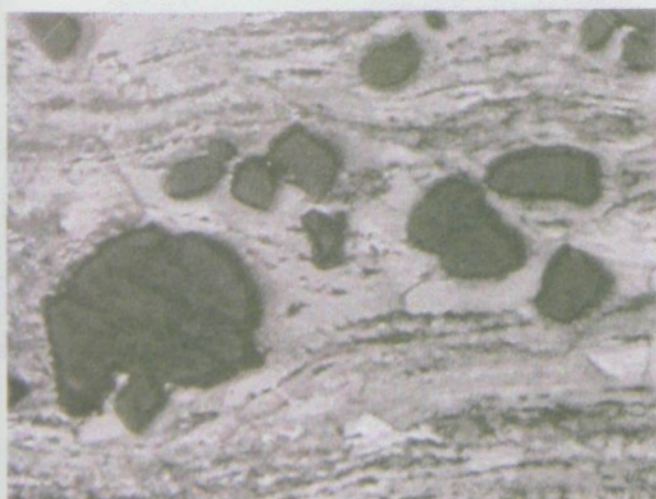
Obr.5 Nerekrytalizovaná jemně vláknitá struktura u slitiny AlZn7.5Mg Zv. 100x



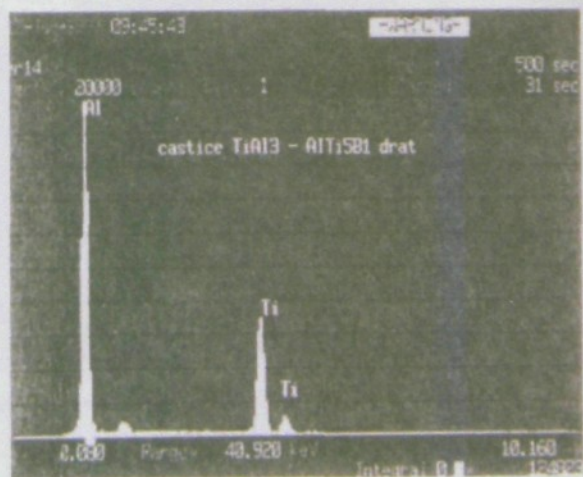
Obr.6 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná vrstva v podélném řezu u slitiny AlZn7.5Mg Zv. 100x



Obr.7 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná vrstva v příčném řezu u slitiny AlCuMgPb Zv. 100x



Obr.8 Intermetalické fáze TiAl3 u slitiny AlTi5B1 po anodické oxidaci v polarizovaném světle Zv. 100x



EDX analýza u slitiny AlTi5B1

Pro hliníkové slitiny bylo vyzkoušeno několik druhů leptadel, které dávají dobrý barevný kontrast. Následující Tab.1 dává přehled nedůležitějších leptadel, která byla vyzkoušena při leptání hliníkových slitin.

Při barevném leptání hliníkových slitin je nutno dodržovat některé všeobecné zásady. Každé leptadlo v závislosti na různých modifikacích hliníkových slitin má své odlišnosti a specifika použití.

Tab.1 An overview of aluminium alloys etch agents

Složení leptadla	Příprava a použití leptadla
8 g KMnO_4 2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2-3 hodin od přípravy Leptání po dobu 20 sekund až 1.5 minuty
6 g Na_2MoO_4 5 ml HCl 4 g NH_4FHF 200 ml destilované vody	Použití roztoku do 24 hodin Doba leptání 0.5 - 1 minuta
1. etapa: 10 ml H_3PO_4 90 ml dest. vody 2. etapa: 6 g Na_2MoO_4 10 ml HCl 4 g NH_4FHF 200 ml destilované vody	1. etapa: leptání po dobu 5-15 minut 2. etapa: leptání po dobu 1 -1.5 minuty teplota roztoku 20-24 °C
10 g KMnO_4 1-2 g NaOH 200 ml destilované vody 1. etapa: 10 ml H_3PO_4 90 ml dest. vody 2. etapa: 8 g KMnO_4 2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy Leptání po dobu 1-2 minuty 1. etapa: leptání po dobu 5-15 minut 2. etapa: Použití roztoku max. do 2 hodin Leptání po dobu 1-2 minuty
8 g KMnO_4 2 g NaOH 2 g KOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy Leptání po dobu 1-2 minuty

Jedná se o následující všeobecné zásady :

leštěný povrch musí být kvalitně připraven, v některých případech je výhodnější elektrolytické leštění,

vzorky se musí lepat zásadně čerstvě připravené, starší vyleštěné vzorky je nutné znova podrobit leštění nebo také i broušení,

vzorky po leštění a před samotným barevným leptáním dáváme do destilované vody, vzorky ponořit do leptadla mokré a při leptání pohybovat vzorkem v roztoku nebo zabezpečit míchaní roztoku, leptadla používat čerstvá, protože většina roztoků má časově omezený účinek.

Metoda barevného leptání je jednoduchá, časově nenáročná a nepotřebujeme žádné speciální přístrojové vybavení. Metoda má dobré reprodukovatelné výsledky a získaný barevný kontrast je trvalý a časově neměnný.

Barevné leptání při vyhodnocování struktur hliníkových slitin lze využít především v následujících oblastech :

identifikace jednotlivých druhů fází u hliníkových slitin

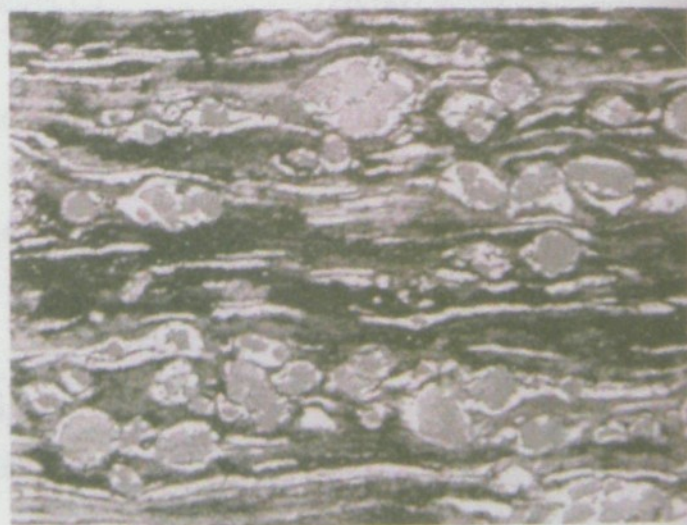
odhalení nehomogenity v chemickém složení dendritických buněk

odhalení hlavních a vedlejších krystalizačních směrů při lití u globulitického zrna a u sloupcovitých, peříčkovitých nebo eliptických zrn.

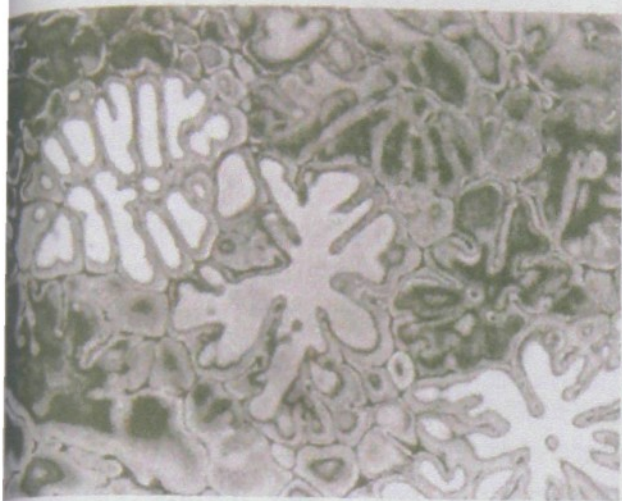
Snímek 9 a 10 znázorňuje příklady využití barevného kontrastu při identifikaci intermetalických fází $TiAl_3$ u slitiny $AlTi_5B_1$ s využitím leptadla o různé době leptání. Snímek 11 a 12 odhaluje nehomogenitu v chemickém složení jednotlivých legujících prvků v dendritických buňkách lité struktury slitiny $AlCu_4MgMn$, kde oblasti bílé dendritické buňky dokládají vyšší obsah Cu a hnědé dendritické buňky dokládají zvýšení obsahu Si . Barevné odstíny v rámci jedné dendritické buňky dokazují nehomogenitu chemického složení po průřezu dendritické buňky [5]. Snímky 13 a 14 odhalují hlavní a vedlejší krystalizační směry, které vznikají při tuhnutí u globulitického zrna a u peříčkovitých (nebo sloupcovitých) zrn u slitiny $AlMg_5$. Hlavně u peříčkovitých (nebo sloupcovitých) zrn lze odhalit hlavní jednosměrně orientované krystalizační směry (snímek 15, 16).



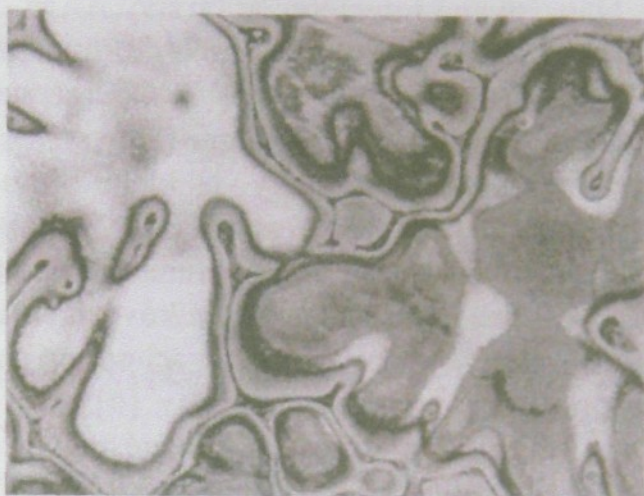
Obr.9 Intermetalické fáze $TiAl_3$ u slitiny $AlTi_5B_1$ po leptání v roztoku $KMnO_4 + NaOH$ po dobu 15 sekund Zv. 740x



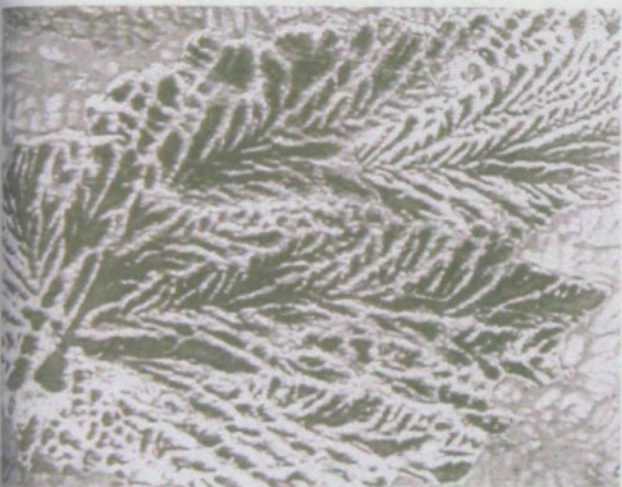
Obr.10 Intermetalické fáze $TiAl_3$ u slitiny $AlTi_5B_1$ po leptání v roztoku $KMnO_4 + NaOH$ po dobu 1minuty Zv. 740x



Obr.11 Chemická nehomogenita v dendritických buňkách u slitiny AlCu4MgMn po barevném leptání roztokem $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ Zv. 200x



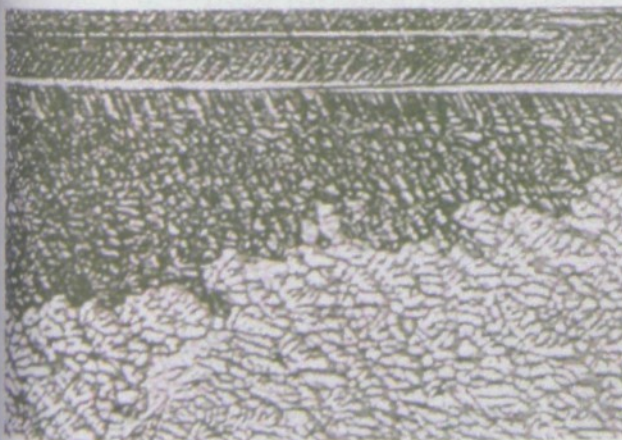
Obr.12 Chemická nehomogenita v dendritických buňkách u slitiny AlCu4MgMn po barevném leptání roztokem $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ Zv. 500x



Obr.13 Barevné leptání globulitického zrna u slitiny AlMg5 na zviditelnění hlavních a vedlejších krystalizačních směru Zv. 150x



Obr.14 Barevné leptání globulitického zrna u slitiny AlMg5 na zviditelnění hlavních a vedlejších krystalizačních směru Zv. 150x



Obr.15 Barevné leptání peříčkovitého zrna u slitiny AlMg5 na zviditelnění hlavních a vedlejších krystalizačních směru Zv. 150x



Obr.16 Barevné leptání peříčkovitého zrna u slitiny AlMg5 na zviditelnění hlavních a vedlejších krystalizačních směru Zv. 150x

5. Napařované interferenční vrstvy

Když se vzorek pokryje transparentním filmem, vzniká interference světla v důsledku rozdílného rozdělení odraženého světla na složky odražené na rozhraní vzduch-vrstva a na rozhraní kov-vrstva [1]. Interferenční jev závisí na vlnové délce světelného zdroje, hloubky vzniklého filmu a indexu lomu světla v něm. Volba povlakových materiálů se řídí podle optických vlastností materiálů určených k povlakování. Cílem je splnit fázové i amplitudní podmínky fáze a tím snížit její reflektivní schopnost na nulu.

Pro kontrastování hliníkových slitin pomocí interferenčních vrstev přichází v úvahu kvůli velmi vysoké reflektivní schopnosti až do 90 %, silně lámající neabsorbující nebo absorbující povlakové materiály [4]. Pro vysokoreflexibilné zkoumané látky, mezi které patří i hliníkové slitiny, je možné použít k napařování ZnS, ZnSe, ZnTe, TiO₂, Na₃AlF₆ (kryolit), MgF₂, CeF₃ (fluorid céritý) a PbF₂ (fluorid olovnatý). Jak napařováním, tak i reaktivním rozprašením se obdrží široké spektrum možností kontrastování. Mnohé intermetalické fáze, vměstky nebo nerozpustné legující kovy mohou být přímo identifikovány podle své charakteristické interferenční barvy. Stejně tak lze vhodnými vysoce lomovými vrstvami zviditelnit mikrosegregace v hliníkové matici.

V současné době probíhají experimenty v podmínkách naší metalografické laboratoře na napařovacím zařízení vlastní výroby s cílem využití této metody hlavně v oblasti identifikace nerozpustných částic legujících kovů (Si, Cr, Pb, Mn ...) a při identifikaci různých druhů vměstků v hliníkových slitinách.

6. Závěr

Využití barevného kontrastu u hliníkových slitin rozšiřuje možnosti světelné metalografické mikroskopie, kde cílem je získání nových strukturálních poznatků, které černobílým kontrastem není možné získat. V mnoha případech má barevný kontrast lepší vypovídající schopnost, rozšiřuje popis struktury a nebo zpřesňuje možnosti kvantitativního vyhodnocení struktury. Samozřejmostí je i to, že barevné snímky jsou dekorativnější.

Když se podíváme na časovou náročnost přípravy vzorků a ekonomické hledisko, kde získání barevného kontrastu vyžaduje více nákladů, je možné konstatovat :

- časová náročnost přípravy vzorků ve většině případů (polarizované světlo, barevné leptání) je otázkou několika minut,
- většina přístrojů (mikroskopů) má přídavné zařízení pro barevné pozorování,
- náklady na pořízení některých zařízení (zařízení pro anodickou oxidaci, napařovací zařízení) nejsou velké a z důvodu jejich jednoduché konstrukce lze si je i samostatně vyrobit,
- zhotovování barevné fotodokumentace je nenáročné a při jednorázové investici do monitoru s videoprintem je možné zhotovovat okamžitou (do 1 minuty) barevnou i černobílou fotodokumentaci.

Literatura

- [1] Skočovský P.: Farebný kontrast v metalografickej mikroskopii, Slovmetal, Žilina, 1993
- [2] Skočovský P., Šiman I.: Štruktúrna analýza liatin, ALFA Bratislava, 1989
- [3] Michna Š.: Pracovní pokyn PP 17-07-004 pro Alusuisse Děčín s.r.o.
- [4] Bühler, Hougardy: Atlas der Interferenzschichten-Metallografie, Oberuse 1979
- [5] Michna Š., Lukáč I.: Možnosť farebnej metalografie k identifikácii štruktúry Al zliatin, Acta Metallurgica Slovaca 1998

slévárenství

11 - 12 / 2000

SVAZ SLÉVÁREN ČESKÉ REPUBLIKY



10 LET ČINNOSTI 1 9 9 0 / 2 0 0 0

EKOLOGIE
VZDĚLÁVÁNÍ
SLÉVÁRENSKÉ NORMY
MEZINÁRODNÍ SPOLUPRÁCE
KATALOGY, VÝSTAVY, VELETRHY
ZAMĚSTNAVATELSKÁ ORGANIZACE
VYDAVATEL ČASOPISU SLÉVÁRENSTVÍ
TECHNICKO-EKONOMICKÉ INFORMACE

Technická 2 / 616 00 Brno / Česká republika
tel: 00420-5-41142642 / fax: 00420-5-41142644
e-mail: svaz@svazslevaren.cz / www.svazslevaren.cz

- [5] Hornung, K.: Techniques for Austempering Ductile Iron, Heat Treatment of Metals, 1986, 4, s. 87 - 94.
- [6] Grech, M.: An update on austempered ductile cast iron. In: Nisitani, H. etc. Strength of Ductile Cast Iron and Other Cast Metals 93 - Proc. Intern. Conference. Kitakyushu: JSME-MMD, 1993, s.18 - 25.
- [7] Věchet, S. - Švejcar, J. - Dorazil, E.: Fatigue Properties of Ductile Cast Irons. In: Nisitani, H. etc. Strength of Ductile Cast Iron and Other Cast Metals 93 - Proc. Intern. Conference. Kitakyushu: JSME-MMD, 1993, pp. 249 - 254.
- [8] Věchet, S. - Kohout, J. - Švejcar, J.: High cycle fatigue properties of ductile cast iron. In: Wu, X. R and Wang, Z. G. FATIGUE 99 - Proceedings of the seventh international fatigue congress. 1st ed. Beijing: Higher Education Press, 1999, 3, pp. 2077 - 2082.
- [9] Věchet, S. - Kohout, J.: Vysokocyklové únavové vlastnosti litin s kuličkovým grafitem - I. část, Slévárenství, 1999, 47, č. 11-12, s. 638 - 641.
- [10] Stromeyer, C. E.: The determination of fatigue limits under alternating stress conditions. Proc. Roy. Soc. 1914, A90, pp. 411 - 425.
- [11] Weibull, W.: Fatigue testing and analysing of results. Oxford, London, New York, Paris: Pergamon Press, 1961, p. 275.
- [12] Věchet, S. - Kohout, J.: Fatigue Properties of ADI in dependence on the Time of Isothermal Transformation, Mechanika 55, č. 235/97, Opole 1997, pp. 127 - 130 (ISSN 0209-0848).
- [13] Jokipi, K.: Austempered Ductile Iron Process in Europe, Heat Treatment of Metals, 1985, 5, pp. 5 - 6.

Lektor: doc. Ing. Jaroslav Šenberger, CSc.

Strukturní vady u slitin na bázi Al - Si a jejich identifikace aplikací fraktografické, EDX a metalografické analýzy

Structural defects in Al - Si based alloys and their identification using fractographic, EDX and metallographic analyses

Ivan Lukáč - Štefan Michna

669.715 : 669.017 : 620.184 : 620.18

Úvod

Fraktografická analýza lomových ploch je metoda zobrazování porušování lomových ploch, která umožňuje v mnohých případech také stanovení příčin vzniku lomu. U hliníkových slitin je zaměřená na tvářené tepelně zpracované slitiny, aplikované pro letecký průmysl nebo pro silně namáhané konstrukční celky a také na slévárenské slitiny. Menší pozornost se věnuje v některých publikacích, a doposud tento stav setrvává, slévárenským slitinám. Příkladem toho může být známá publikace [2], kde jen 9 stran této rozsáhlé monografie je věnováno uvedeným slitinám, přičemž v převážné míře jsou zde reprezentované lomové plochy v makroskopickém měřítku.

Introduction

Fractographic analysis of fracture surfaces is a method of imaging the fracture surfaces enabling in many cases also to identify the causes of fracture origin. In aluminium alloys it is directed to wrought heat-treated alloys applied in aircraft industry or for heavy-duty construction units and also for foundry alloys. Up to now a little attention has been paid to cast alloys. For example in the well-known publication [2] only 9 pages are devoted to the given cast alloys and mostly the fracture surfaces in macroscopic scale are represented here. When using the REM method for study of fracture surfaces it is necessary to understand that the fracture surface can inform



prof. Ing. Ivan Lukáč, CSc., Technická univerzita Košice, Katedra nauky o materiáloch

prof. Ing. Ivan Lukáč, PhD., Department of Materials Science, Technical University Košice, Slovakia



Ing. Štefan Michna, Alusuisse, s.r.o., Děčín

Ing. Štefan Michna, Alusuisse Ltd. Děčín, Czech Republic

Při použití rastrovací elektronové mikroskopie (REM) ke studiu lomových ploch je potřeba si uvědomit, že lomová plocha nás může informovat o příčině jejího vzniku, jinými slovy je důkazním materiálem. Tyto informace však nejsou vždycky jednoznačné, proto musíme použít i jiné metody, které nám vyjasní příčinu jejího vzniku. Je-li rastrovací elektronový mikroskop spojený s mikroanalyzátozem EDX, je možné získat z povrchu lomové plochy další cenné informace, týkající se chemického složení lokálních oblastí, resp. přítomných intermetalických fází. Nemůže z ní ale v žádném případě určit přesné procesy, které probíhaly v celém objemu namáhaného materiálu před vznikem lomové plochy, nebo identifikovat některé typické vady litého stavu, jako jsou např. mikrostaženiny, pokud nejsou přítomné obnažené dendrity i na lomové ploše. Jak již bylo uvedeno, za velmi důležitý doplněk analýzy lomových ploch aplikací REM ve spojení s EDX analyzátozem považujeme použití světelné metalografické analýzy na plochách kolmých k lomové ploše. Moderní trend světelné metalografické analýzy s úspěchem využívá i možnost vyvolání barevného efektu přítomných strukturálních složek různými možnými technikami, čímž se v mnohých případech dosáhne překvapujících výsledků. Eliminace vad metalurgického původu je v současném světovém trendu, vedoucímu k optimalizaci slitin Al pro slévárenské účely [1], nutným předpokladem. Pokud jsou známy jejich morfologické a strukturální projevy, a tím i jejich vliv na vlastnosti, je možná snižování jejich výskytu v technologických opatřeních. Předložená práce je zaměřena na příklady typických metalurgických vad ve slévárenských slitinách typu Al - Si s určením jejich původu.

Materiál, dosažené výsledky a jejich analýza

Předmětem našich analýz byly odlitky, u kterých byly zjištěny některé nevyhovující vlastnosti, které budou v každém prezentovaném případě uvedeny.

Na obr. 1 až 7 jsou prezentovány lomové plochy a struktura odlitku ze slitiny AlSi7Mg0,3 (DIN EN 1706), u které byly zjištěny makroskopicky viditelné necelistvosti, způsobující únik kapaliny. Označení slitiny DIN EN 1706 konkretizuje tuto slitinu jako podeutektickou, legovanou Mg s možností vytvrzování.

Obr. 1 a 2 dokumentuje typický charakter struktury modifikovaného podeutektického siluminu. Barevným kontrastem je zvýrazněno chemické odměšení v dendritech α fáze. Jedná se o oblast mimo makroskopicky viditelný defekt.

Získaná lomová plocha z oblasti defektu je prezentována na obr. 3 až 5. Obr. 3 představuje oblast dekohezního porušení, které je typické při přítomnosti oxidických blan. EDX analýza světlé oblasti této části lomové plochy neprokázala přítomnost žádného prvku (kromě základních prvků, z kterých pozůstává materiál), z kterého by byla složena přítomná vada. EDX analýzou také nemůžeme analyzovat přítomnost prvků s atomovým prvkem menším než 10 (např. bor, uhlík, dusík, kyslík), a proto přítomnost těchto prvků stanovíme nepřímo (světelný kontrast, přítomnost jenom hliníku u EDX analýzy přítomné vady atd.). Upozorňujeme, že takový světelný kontrast je typický při přítomnosti oxidických blan na povrchu lomové plochy. Jejich přítomnost byla dokázána i na metalo-

graph about a cause of its origin, in other words it is a material of evidence, but not in all cases this information is unambiguous and therefore we have to use also another methods that will explain us the cause of its origin. If the scanning electron microscope is connected with a microanalyzer EDX it is possible to obtain from the fracture surface further valuable information related to chemical composition of local areas or of present intermetallic phases. But in any case we cannot determine from it the exact processes that took place in whole volume of the stressed material before the occurrence of the fracture surface or identify some typical as-cast structure defects, e.g. microshrinkage, if bared dendrites are not present also on the fracture surface. As mentioned above the use of light metallographic analysis on surfaces perpendicular to the fracture surface is considered a very important complement to the analysis of fracture surfaces by means of application of the REM in connection with the EDX analyzer. A modern trend of the light metallographic analysis with an advantage also improves a possibility of raising the colour effect of present structural components with different possible processes what brings surprising results in many cases. Elimination of defects of the metallographic origin is a necessary presumption in the present world trend leading to optimization of Al alloys for foundry purposes [1]. If their morphologic and structural appearances and thus their influence on properties too are known then their occurrence can be reduced by means of technological measures. The presented work is directed to examples of typical metallurgical defects in foundry alloys of the Al - Si type with determining their origin.

Material, achieved results and their analysis

Subjects of the analyses were castings in which some inconvenient properties that will be given in every presented case have been determined.

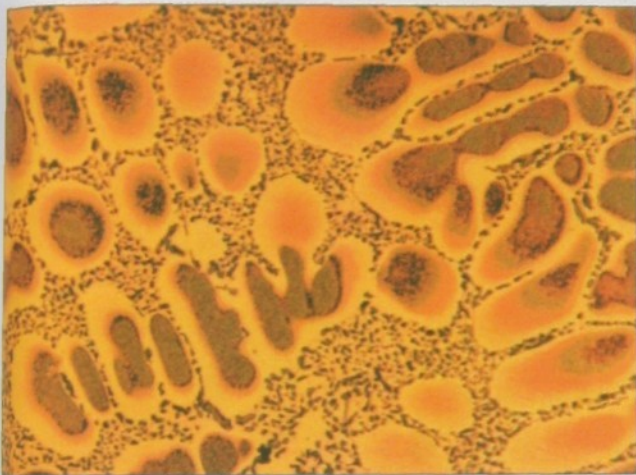
Figs. 1 up to 7 show fracture surfaces and structures of a casting from AlSi7Mg0.3 (DIN EN 1706) alloy in which macroscopically observed imperfections causing fluid escape were determined. The alloy designation of DIN EN 1706 concretizes this alloy as a hypoeutectic one alloyed with Mg with a possibility of hardening.

Figs. 1 and 2 demonstrate a typical character of structure of the modified hypoeutectic silumin. Chemical segregation in dendrites of the α phase is pointed up by colour contrast. It is the area outside the macroscopically visible defect.

The fracture surface obtained from the defect area is presented in Figs. 3 up to 5. Fig. 3 represents the area of decohesive fracture typical when oxidic films are present. The EDX analysis of the light area of this fracture surface does not prove the presence of any element (besides basic elements from which the material is composed) from which the present defect could be composed. The presence of elements with an atomic element lower than 10 cannot be analyzed with the EDX analysis too (e.g. boron, carbon, nitrogen, oxygen) and therefore the presence of these elements is determined indirectly (light contrast etc.). We notify that such light contrast is typical for the presence of the oxidic films at the fracture surface. Their presence has been proved also on metallographic samples perpendicular to the fracture surface. This fact is

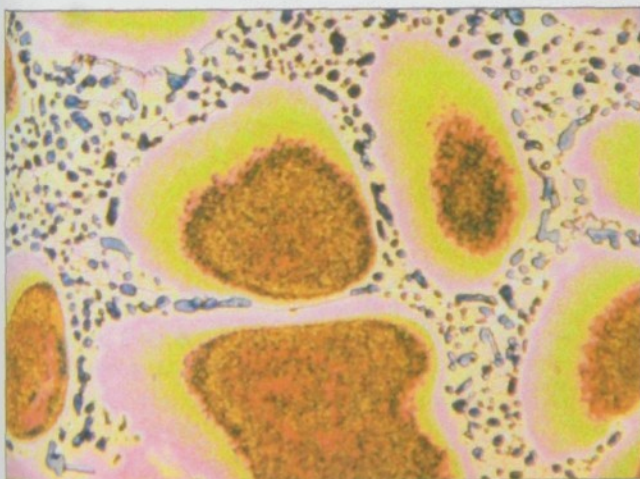
grafických výbrusech kolmých k lomové ploše. Tuto skutečnost dokumentuje obr. 4, kde je vidět v podpovrchové oblasti rozvinutou nepravidelnou síť oxidických blan. Z technologického hlediska příčina přítomnosti takových oxidických blan spočívá v nedostatečném ošetření taveniny před odléváním - odstranění povrchových oxidů na tavenině.

Častou vadou odlitků jsou mikrostaženiny. Ty mohou iniciovat vznik lomové plochy a jejich existence se projeví přítomností obnažených dendritů α fáze, což dokumentujeme na obr. 5. Jestliže se nepodílely na vzniku lomové plochy a nejsou její součástí, je možné je identifikovat také v podpovrchových oblastech (obr. 6).



OBR. 1. Struktura podeutektického modifikovaného siluminu, provedeno barevné leptání roztokem $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$. Pozorováno ve světlem poli. Zvětšení 150 x.

FIG. 1. Structure of hypoeutectic modified silumin, colour etched with the $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ solution. Observed in the light field. Magnification: 150 x.

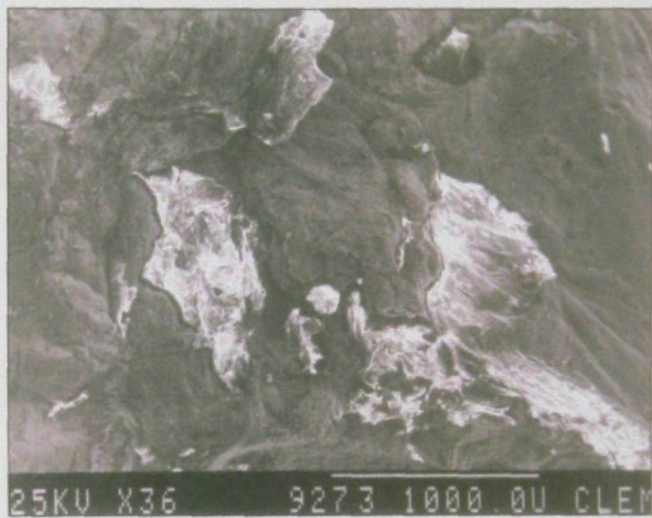


OBR. 2. Struktura podeutektického modifikovaného siluminu, provedeno barevné leptání roztokem $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$. Pozorováno ve světlem poli. Zvětšení 380 x.

FIG. 2. Structure of hypoeutectic modified silumin, colour etched with the $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ solution. Observed in the light field. Magnification: 380 x.

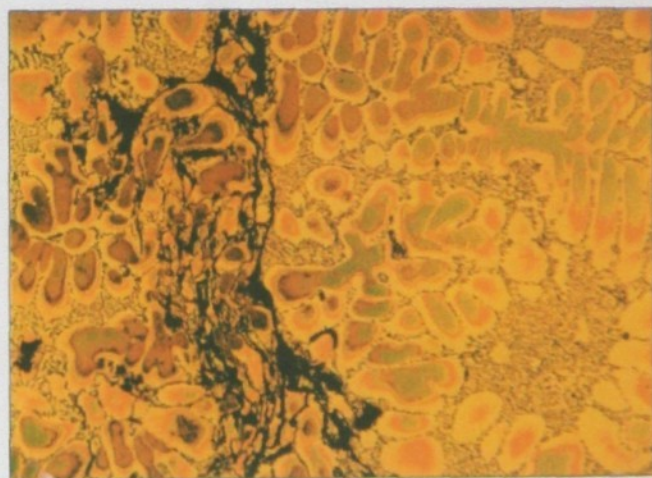
documented by Fig. 4 where irregular network of oxidic films can be seen in the subsurface area. From the technological point of view the presence of such oxidic films consists in an insufficient treatment of the melt before pouring - removing the surface oxides from the melt surface.

Microshrinkage is a frequent defect of castings. It can initiate the occurrence of the fracture surface and its existence will show up by the presence of bared dendrites of the α phase what is documented by Fig. 5. If they did not take part in the formation of the fracture surface and they are not the part of it they can be identified also in subsurface areas (Fig. 6).



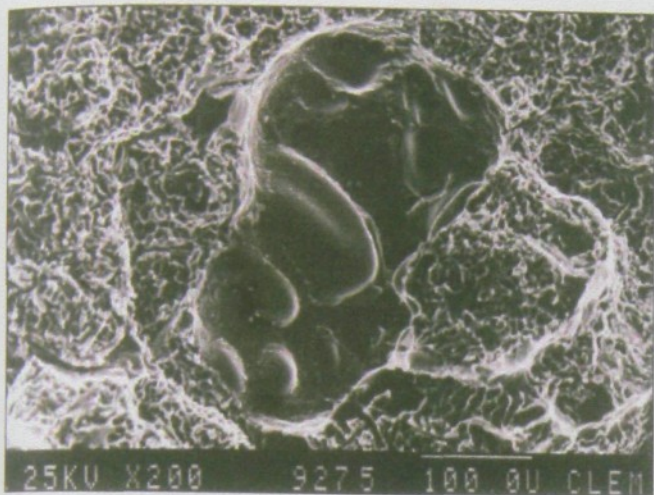
OBR. 3. Struktura povrchu lomové plochy v oblasti defektu. Pozorováno na REM (rastrovacím elektronovém mikroskopu). Zvětšení 36 x.

FIG. 3. Structure of a fracture area surface in the defect field. Observed with a REM (scanning electron microscope). Magnification: 36 x.



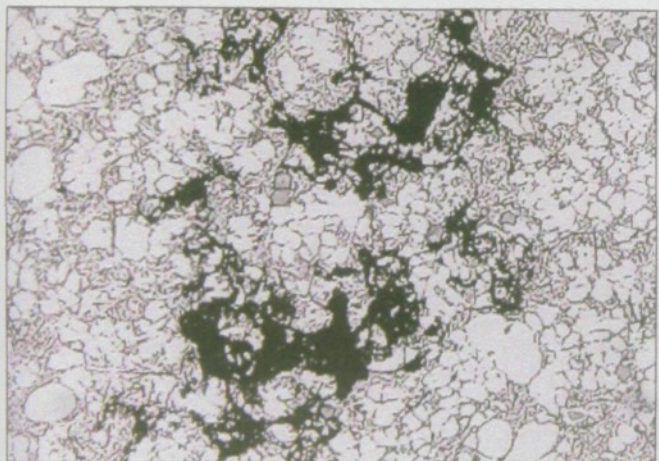
OBR. 4. Struktura podeutektického modifikovaného siluminu s rozvinutou nepravidelnou sítí oxidických blan, leptáno ve dvou fázích: a - H_3PO_4 - 10 min, b - $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ - 4 s. Pozorováno ve světlem poli. Zvětšení 150 x.

FIG. 4. Structure of hypoeutectic modified silumin with developed irregular network of oxidic films, etched in two phases: a - H_3PO_4 - 10 min, b - $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ - 4 s. Observed in the light field. Magnification: 150 x.



OBR. 5. Struktura povrchu lomové plochy s přítomností obnažených dendritů α fáze. Pozorováno na REM (rastrovacím elektronovém mikroskopu). Zvětšení 200 x.

FIG. 5. Structure of a fracture area surface with the presence of bared dendrites of the α phase. Observed with a REM (scanning electron microscope). Magnification: 200 x.

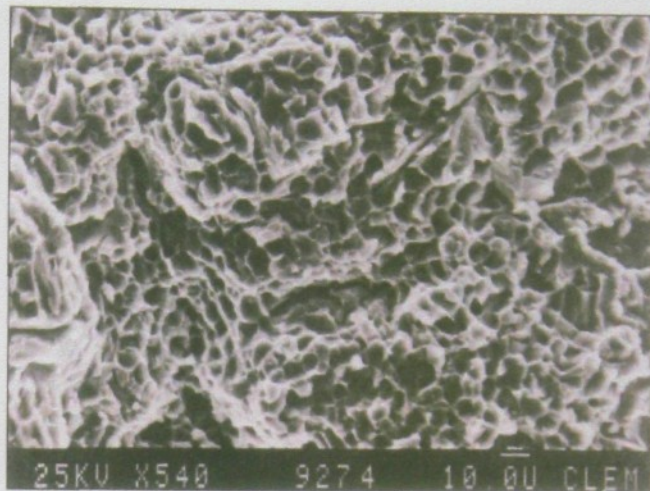


OBR. 6. Struktura podeutektického nemodifikovaného siluminu s vysokou lokální porozitou materiálu. Leptáno roztokem H_3PO_4 , pozorováno ve světlém poli. Zvětšeno 110 x.

FIG. 6. Structure of hypoeutectic unmodified silumin with high local porosity of the material. Etched with H_3PO_4 solution, observed in the light field. Magnification: 110 x.

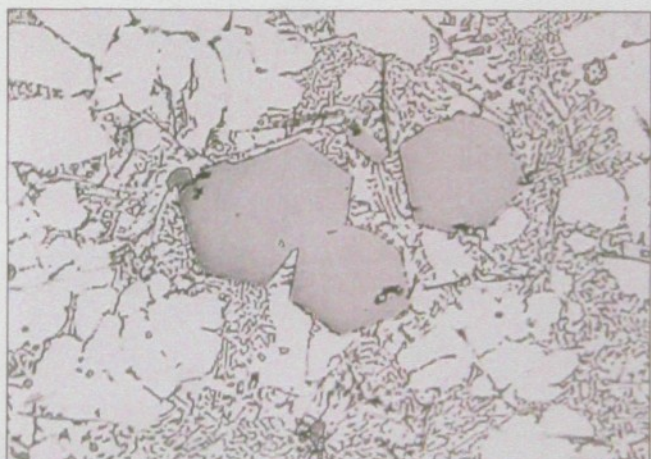
Lomová plocha oblasti eutektika u této slitiny má typický charakter transkrystalického tvárného porušení s jamkovou morfologií (obr. 7). Velikost jamek je určena velikostí eutekticky vyloučeného Si. Jeho morfologie, patrná z obr. 1 a 2, svědčí o tom, že slitina byla modifikována.

Na obr. 8 až 12 jsou prezentovány anomální struktury u odlitků s nevyhovující mechanickou obrobiteľností ze slitin STN 42 4330 a STN 42 4339. Jedná se v obou případech o podeutektický silumin. Kvantitativní chemická analýza těchto odlitků ukázala na nepřijatelně zvýšený obsah Fe u slitiny STN 42 4330. Struktura této slitiny je dokumentována na obr. 8. Jedná se o typickou nemodifikovanou strukturu s přítomností jehlicovité vyloučeného Si, což svědčí o tom, že



OBR. 7. Struktura lomové plochy typického transkrystalického tvárného porušení z pohledu REM v oblasti eutektika. Zvětšení 540 x.

FIG. 7. Structure of a fracture area of typical transcrystalline ductile rupture from the REM point of view in the eutectic area. Magnification: 540 x.



OBR. 8. Struktura podeutektického nemodifikovaného siluminu s přítomností velkých částic fází $FeSiAl_5$. Pozorováno ve světlém poli. Zvětšení 570 x.

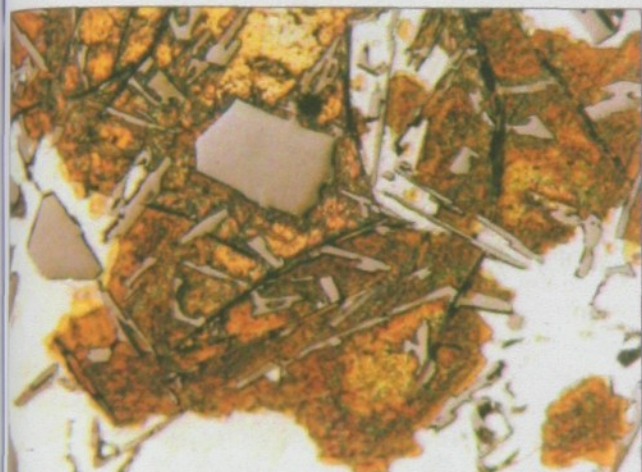
FIG. 8. Structure of hypoeutectic unmodified silumin with the presence of great particles of $FeSiAl_5$ phases. Observed in the light field. Magnification: 570 x.

The fracture surface of the eutectic area of this alloy has the typical character of the transcrystalline ductile rupture with dimple morphology – (Fig. 7). The size of the dimples is determined by the size of eutectically separated Si. Its morphology apparent from the Figs. 1 and 2 witnesses a fact that the alloy was modified.

In the Figs. 8 – 12 anomalous structures of castings with inconvenient machinability from STN 42 4330 and STN 42 4339 alloys are presented. In both cases the question is hypoeutectic silumin. Quantitative chemical analysis of these castings indicated the inadmissibly increased Fe content in STN 42 4330 alloy. Fig. 8 documents this alloy structure. The question is a typical unmodified structure with the presence

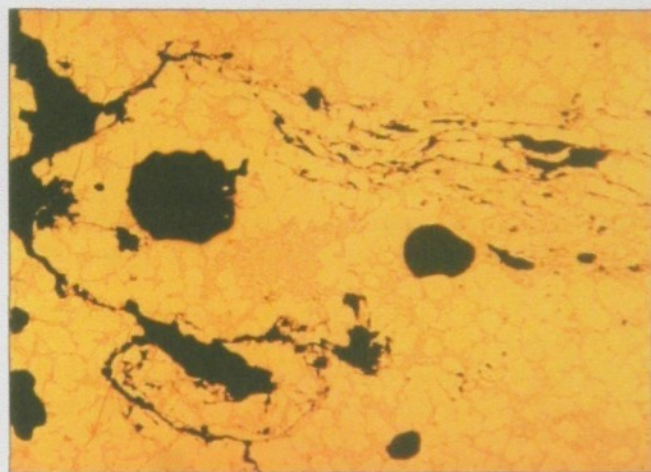
nebyla realizována modifikace slitiny. Důkazem nerealizované modifikace je absence Na a Sr při realizované kvantitativní chemické analýze. Zajímavý je i výskyt krystalograficky vyvinutých částic, patrných z obr. 8. EDX analýzy z nich realizované ukázaly, že se jedná o intermetalické částice bohaté na Fe s přítomností piků Si a Al. Protože byl obsah Fe ve slitině 1,03 %, je možné v souladu s údaji [3] předpokládat, že se jedná o částice intermetalické fáze FeSiAl_5 , která je přítomna, když je obsah Fe u těchto slitin vyšší než 0,7 %. Podle [1] vysoký obsah Fe a jehlicovitě vyloučený křemík výrazně zhoršují mechanickou obrobitelnost slévárenských

of needlelike separated Si what indicates a fact that the alloy was not modified. The absence of Na and Sr in realized quantitative chemical analysis proves the absence of modification. The occurrence of crystallographically developed particles apparent from the Fig. 8 is also interesting. EDX analyses realized from them have shown that the question is intermetallic particles rich in Fe content with the presence of Si and Al peaks. Because the Fe content in that alloy was 1,03 % it can be supposed in accordance with [3] data that the question are the particles of the FeSiAl_5 intermetallic phase which is present if the Fe content is higher than 0.7 %. According to [1]



OBR. 9. Struktura podeutektického nemodifikovaného siluminu s přítomností velkých částic intermetalické fáze FeSiAl_5 . Leptáno roztokem $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$. Pozorováno v polarizovaném světle s použitím Nomarského kontrastu. Zvětšeno 380 x.

FIG. 9. Structure of hypoeutectic unmodified silumin with the presence of great particles of the intermetallic FeSiAl_5 phase. Etched with $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$ solution. Observed in the polarized light with use of Nomar contrast. Magnification: 380 x.



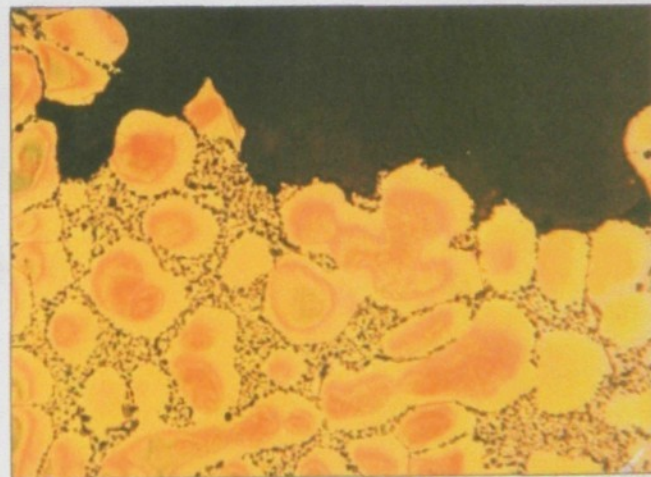
OBR. 11. Struktura podeutektického siluminu s velkým množstvím oxidických blan a velkých pórů. Pozorováno ve světlém poli. Zvětšeno 150 x.

FIG. 11. Structure of hypoeutectic silumin with a great number of oxidic films and great pores. Observed in the light field. Magnification: 150 x.



OBR. 10. Struktura heterogenního tuhnutí siluminu uvnitř a mimo oxidickou blánu. Barevné leptání s pozorováním ve světlém poli. Zvětšeno 150 x.

FIG. 10. Structure of heterogeneous solidification of silumin inside and outside the oxidic film. Colour etched with observation in the light field. Magnification: 150 x.



OBR. 12. Struktura oblasti lomové plochy podeutektického modifikovaného siluminu. Barevné leptání s pozorováním ve světlém poli. Zvětšeno 380 x.

FIG. 12. Structure of a fracture area surface of hypoeutectic modified silumin. Colour etched with observation in the light field. Magnification: 380 x.

slitin na bázi Al - Si. Přítomnost intermetalické fáze FeSiAl₅ jak v eutektiku, tak i v α fázi dokumentuje obr. 9.

Přítomnost oxidických blan ve struktuře může mít za následek heterogenní průběh krystalizace a nehomogenitu chemického složení v oblasti výskytu, což je dokumentované na obr. 10 jako další typ anomální struktury.

Obr. 11 prezentuje oxidické blány ve formě nepravidelného síťování a dendritickou pórovitost ve struktuře odlitku. Taková struktura je typická pro mimořádně nekvalitní technologii výroby. Příčina je v nedostatečném odplynění taveniny a v nedostatečném odstranění oxidických blan před samotným litím materiálu.

Obr. 12 prezentuje na kolmém metalografickém výbrusu k lomové ploše lomovou čáru, získanou u odlitku ze slitiny STN 42 4339. Je zde viditelná oblast dendritické pórovitosti, oblast porušení α fáze s velmi dobrými plastickými vlastnostmi a oblast lomové čáry, přecházející rozhraním mezi eutektikem a α fází.

Závěr

Tato práce byla zaměřená na zjištění vad u litých slitin na bázi Al - Si, určení původu jejich vzniku a vliv těchto strukturálních vad na lomové i technologické vlastnosti u odlitků ze slitin na bázi Al - Si. Současně je zde prezentovaná možnost identifikace vad a anomálních struktur v kombinaci faktografické a EDX analýzy s využitím barevné metalografie hliníkových slitin. Předložená práce představuje ukázky typických

the high Fe content and the needlelike developed silicon considerably deteriorate the mechanical machinability of foundry Al - Si based alloys. The presence of the intermetallic FeSiAl₅ phase both in the eutecticum and in the α phase is documented in the Fig. 9.

The presence of oxidic films in structure can cause the heterogeneous course of crystallization and non-homogeneity of chemical composition in the occurrence area what documents the Fig. 10 as another type of the anomalous structure.

Fig. 11 shows oxidic films in a form of irregular network and dendritic porosity in the casting structure. Such structure is typical for manufacturing technology of extraordinary poor quality. The cause consists in insufficient degasification of the melt and in insufficient removing of oxidic films before the proper pouring of the material.

Fig. 12 on a metallographic sample perpendicular to the fracture surface presents a fracture plain obtained for a casting from the STN 42 4339 alloy. An area of dendritic porosity, an area of the fracture of the α phase with very good plastic properties, and an area of the fracture plain transiting through the eutecticum and the α phase is visible here.

Conclusion

The presented work has been aimed at detecting the defects in cast alloys on Al - Si base, determination of the origin of their formation and their influence on fracture and technological properties of castings from Al - Si based alloys. At the same

Alusuisse Děčín, s.r.o.,

Česká společnost pro nové materiály a technologie, Hutnícka fakulta, Technická univerzita, Košice, Nikon - Optoteam, s.r.o., Bühler, Illinois - USA, HANYKO Praha, s.r.o., Igor Láník -Techservis Boskovice

Vás zvou na 2. mezinárodní konferenci

ALUMINIUM 2001

Místo a termín konání: Děčín - Střelnice, 3. - 5. října 2001

Cílem a zaměřením konference je podat souhrnný přehled o současném stavu v těchto oblastech:

- metalografie Al a jeho slitin, přínos pro řešení výrobních problémů, nové metodiky a postupy při vyhodnocování struktur Al slitin
- výroba Al slitin a jejich aplikace v dopravě (letecké, silniční, železniční), nekonvenční materiály z hliníku
- koroze Al slitin a její ovlivňování, povrchové úpravy Al materiálu
- tváření a tepelné zpracování Al slitin
- mechanické, chemické a fyzikální vlastnosti Al slitin
- mezinárodní spolupráce v oblasti výzkumu a vývoje Al a jeho slitin a v technologii výroby.

Kromě této odborné části konference bude připraven další program, a to:

- prezentace firem nabízejících speciální laboratorní a výzkumnou techniku, materiály a přístroje pro slévárství, materiály pro povrchovou úpravu a další technická zařízení
- exkurze ve firmě Alusuisse Děčín, s.r.o.
- soutěž o nejhezčí barevnou fotografii struktury Al slitiny
- návštěva děčínského zámku.

Kontaktní adresa: Ing. Štefan Michna, Alusuisse Děčín, s.r.o., Ústecká 37, 405 35 Děčín 5, Česká republika
e-mail: Stefan.Michna@alusuisse.com
tel.: 00420(0412)508384

slévárenství

2 - 3 / 2002

160 let
slévárenské výroby

Slévárny Třinec, a.s.



Výroba odlitků z oceli, šedé a tvárné litiny v Třinci trvá již od roku 1842



SLÉVÁRNY TŘINEC, a.s.
Průmyslová 1001
739 65 Třinec - Staré Město
Czech Republic

tel.: 00420-659-433026, 432040
fax: 00420-659-432586
e-mail: foundry@trz.cz
http:\\slevarny.trz.cz

Štruktúra a mikrosegregácia zliatiny AlCu4PbMgMn v liatom stave

Structure and microsegregation of the as cast AlCu4PbMgMn alloy

Ivan Lukáč – Štefan Michna

669.715 : 621.74.032.2 : 621.746.6 : 541.123

Uvod

Mikrosegregácia u povrchu čapov zo zliatiny AlCu4PbMgMn, ktorej dochádza v procese kryštalizácie pri polokontinuálnom odlievanií čapov, je dôsledkom heterogénneho rozloženia legujúcich prvkov. Výrazne ovplyvňuje mechanické a korózne vlastnosti liateho stavu. Poznatky o nej sú dôležité aj pre procesy kryštalizácie, ako nasledujúce tepelné spracovanie s cieľom získania optimálnych materiálových vlastností. Veľké množstvo experimentálnych [1] až [3] a teoretických prác bolo realizovaných pre výskum mikroštruktúry a mikrosegregácie u binárnych zliatin. Na druhej strane väčšina komerčných zliatin sú zliatiny polykomponentné a len málo experimentálnych prác bolo uskutočnených pre štúdium mikrosegregácie týchto zliatin, najmä so zameraním na redistribúciu legujúcich prvkov v liatom stave.

Prezentovaná práca je zameraná na štúdium štruktúry a mikrosegregácie u zliatiny AlCu4PbMgMn v liatom stave. Intermetalické fázy vzniklé v procese kryštalizácie boli identifikované použitím EDX analýz.

Materiál, dosiahnuté výsledky a EDX analýza

Chemické zloženie čapu v liatom stave je uvedené v tab. I. Aplikáciou farebného kontrastu v liatom stave je dokumentovaný na obr. 1 až 3 charakter štruktúry. Farebný kontrast sme získali pomo-

Introduction

Microsegregation at the bar surface that occurs during solidification process when the bars are semi-continuously cast is a result of heterogeneous redistribution of alloying elements. It significantly effects mechanical and corrosion properties of the as cast state. The knowledge about it is important both for crystallization processes and for following thermal treatment with the aim to obtain optimum material properties. Numerous experimental, for instance [1] – [3], and theoretical studies have been carried out to investigate microstructure and microsegregation in binary alloys. On the other hand, most if not all commercial alloys are multi-component and only a few experimental investigations have been made to study microsegregation in multi-component alloys, especially with the respect to solute redistribution in the solidified structure.

The objective of the present study is to investigate microstructure and microsegregation in as cast AlCu4PbMgMn alloy. The intermetallic phases formed during crystallization have been determined by EDX analyses.

Tab. I. Obsah prvkov [hmot. %]
Tab. I. Chemical composition [weight %]

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ni	Pb	Bi	Be	Ca	Na
0,75	0,524	3,845	0,614	0,639	0,049	0,225	0,017	0,012	1,153	0,063	-	-	-
Sb	Zr	Ag	B	Cd	Co	Ga	Li	P	Sn	Sr	V	Al	
0,020	0,002	-	-	-	-	0,008	-	-	0,016	-	0,002	92,02	

Materials, experimental results and their discussion

Chemical composition of the as cast bar is given in Table I. Figs. 1 – 3 show the as cast structure character with use of colour contrast methods. Colour contrast was obtained by etching in the solution $KMnO_4 + NaOH$. Such method can enable at the higher level, except other, to observe the presence of intermetallic phases and the heterogeneity of chemical composition inside dendritic cells. Figs. 1 and 2 show in the structure, using such method, intermetallic phases of two different colours (blue and brown ones). Used statistical EDX analyses have shown that we could discuss three types of intermetallic phases present in structure.

- An intermetallic phase in which the Fe content is relatively low according to the EDX analyses.
- An intermetallic phase in which, unlike the intermetallic compound of the first group, the Fe content is high.



Prof. Ing. Ivan Lukáč, CSc., Katedra náuky o materiáloch, Hutnícka fakulta, Technická univerzita v Košiciach, Slovensko

Prof. Ing. Ivan Lukáč, PhD., Department of Materials Science, Technical University Košice, Slovakia



Ing. Štefan Michna, Alcan, Děčín Extrusions, s.r.o., Czech Republic

cou leptania v roztoku $\text{KMnO}_4 + \text{NaOH}$. Táto metóda umožňuje mimo iné i na kvalitatívne vyššej úrovni pozorovať a dokumentovať tak prítomné intermetalické fázy, ako i heterogenitu chemického zloženia v rámci dendritických buniek. Touto technikou farebne odlišné intermetalické častice dvojakého zafarbenia (modré a hnedé) sú viditeľné v štruktúre na obr. 1 a 2. Realizované štatistické EDX analýzy ukázali, že je možné hovoriť o troch typoch intermetalických častíc prítomných v štruktúre:

- Častice, ktorých chemické zloženie zistené EDX analýzami je reprezentované relatívne nižším obsahom Fe.
- Častice, ktoré na rozdiel od častíc prvej skupiny majú naopak vysoký obsah Fe.
- Častice s vysokým obsahom Pb.

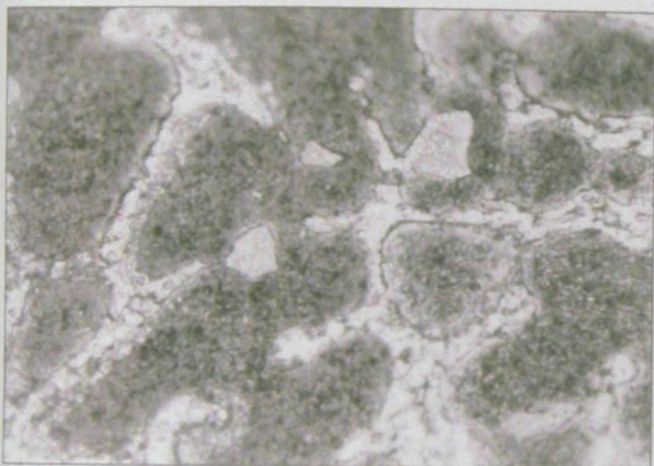
Reprezentatívne EDX analýzy pre častice prvého a druhého typu sú v tab. II.

I keď EDX analýzy nie sú z hľadiska ich princípu absolútne presné pri identifikácii chemického zloženia, je možné pred-

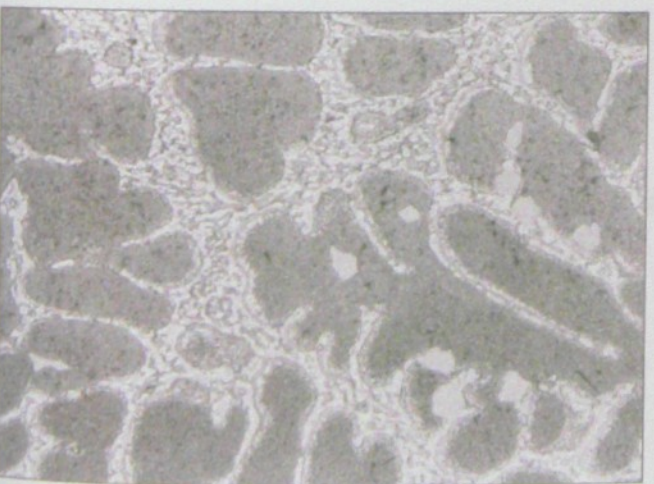
- An intermetallic phase with high Pb content. Representative EDX analyses for the intermetallic phases of the first and second groups are given in Table II.

It is well known that EDX analyses are not, from the view of the origin, absolute precise at chemical composition identification, it can be supposed that the questions are intermetallic phases the chemical composition of which is $(\text{FeMnSi})_4\text{CuAl}_8$ for brown particles and $(\text{CuMn})\text{Al}_{14}\text{Fe}_2\text{Si}_2$ for blue ones. For that system a possibility of the presence of following intermetallic phases $(\text{CuFeMn})_2\text{Si}_2\text{Al}_{15}$, CuFeAl_7 , or $(\text{CuFe})\text{Al}_6$ was published [4]. We have not proved their presence by EDX analyses realized by us.

For the technology of heat treatment the important information is that one which relates to the enriched top layer. On the base of its composition it is necessary to consider competent time holding at the temperature for securing diffusion processes of alloying elements. Representative EDX analyses of the enriched top layer, microscopically observed,



OBR. 1. Farebne odlišené intermetalické častice dvojakého zafarbenia - zv. 700x
FIG. 1. Intermetallic particles of two colours differentiated in colour - magnification 700x



OBR. 2. Farebne odlišené intermetalické častice dvojakého zafarbenia - zv. 300x
FIG. 2. Intermetallic particles of two colours differentiated in colour - magnification 300x



OBR. 3. Mikroskopicky viditeľná obohatená povrchová vrstva - zv. 30x
FIG. 3. Microscopically observed enriched top layer - magnification 30x



OBR. 4. Samostatná Pb-fáza globulitickej morfológie - zv. 850x
FIG. 4. Individual Pb-phase of the globular shape morphology - magnification 850x

Tab. II. EDX analýzy častíc [hmot. %]
Tab. II. EDX analyses of the intermetallic phases [weight %]

Častica	Al	Cu	Mn	Fe	Si	Cr
1 - hnedá	56,0	5,9	12,3	16,9	8,1	0,8
2 - hnedá	56,5	5,5	12,7	16,5	7,9	0,8
3 - modrá	54,0	8,1	10,2	20,1	7,5	0,2
4 - modrá	54,1	10,0	7,8	21,1	7,0	0,2

kladať, že sa jedná o intermetalické častice, v ktorých chemický pomer prvkov zodpovedá pre hnedé častice $(\text{MnSi})_4\text{CuAl}_8$ a pre modré $(\text{CuMn})\text{Al}_{14}\text{Fe}_2\text{Si}_2$. Pre daný materiál sa uvádza [4] existencia týchto možných intermetalických fáz: $(\text{CuFeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$, CuFeAl_7 alebo $(\text{CuFe})\text{Al}_6$. Prítomnosť pri nami realizovaných analýzach nebola potvrdená.

Technológiu tepelného spracovania sú dôležité informácie týkajúce sa povrchovej obohatenej vrstvy. Na základe jej zloženia je potrebné zvážiť príslušné časové výdrže na teplote zabezpečenie difúzie legujúcich prvkov. Reprezentatívne EDX analýzy povrchovej, mikroskopicky viditeľnej obohatenej vrstvy (obr. 3), podpovrchovej vrstvy, ako i základných prvkov z kvantitatívnej chemickej analýzy čapu sú uvedené v tab. III.

Porovnáme hodnoty reprezentatívnej EDX analýzy vrstvy kvantitatívnou chemickou analýzou čapu, vidíme, že táto vrstva je výrazne obohatená predovšetkým dôležitými prvkami Cu, Mg z hľadiska precipitačného spevnenia. Kým v prípade Cu je možné hovoriť o približne štvornásobnom obohatení povrchovej vrstvy voči priemernému chemickému zloženiu zliatiny, u Mg to predstavuje cca 2,5násobne obohatenie.

Identifikácia rozloženia a morfológie častíc Pb bola realizovaná na SEM. Bolo zistené, že tieto častice sa vyznačujú výrazným farebným kontrastom – sú to biele častice, pričom tvar v liatom stave je buď globulitický, alebo blízko globulitický, čím i z hľadiska štruktúrneho spĺňa podmienky na dobrú mechanickú obrábateľnosť tejto zliatiny.

ery

Identifikáciou farebnej metalografie je možné farebne rozlíšiť jednotlivé častice a identifikovať prítomnosť jednotlivých intermetalických fáz s rozdielnym chemickým zložením.

Povrchovo obohatená vrstva u polokontinuálne odlievanej zliatiny je silne dotovaná prvkami dôležitými z hľadiska precipitačného spevnenia. Túto skutočnosť z hľadiska zabezpečenia difúzných procesov je potrebné zohľadniť pri tepelnom spracovaní tohto materiálu.

Vytvára samostatnú fázu globulitickej, resp. blízko globulitickej morfológie, ktorú je možné na základe výrazného kontrastu dobre identifikovať pri pozorovaní štruktúry pomocou SEM (obr. 4).

Tab. III. EDX analýzy obohatenej a podpovrchovej vrstvy [hmot. %]
Tab. III. Representative EDX analyses of the enriched top layer, of the subsurface layer and of base elements from the quantitative chemical analysis of the bar [weight %]

Miesto	Al	Cu	Mn	Fe	Si	Mg	Zn
vrstva	75,4	15,1	4,4	0,1	2,6	1,6	0,7
podpovrch.	84,3	6,2	6,1	0,9	1,3	0,7	0,5
kvant. čap	92,02	3,84	0,16	0,52	0,75	0,63	0,22

Fig. 3, of the subsurface layer and of base elements from the quantitative chemical analysis of the bar are given in Table III. If we compare obtained results of the representative EDX analysis of the enriched top layer with the quantitative chemical analysis of the bar we can see that the enriched top layer has high content of very important elements, from the view of the precipitation hardening, as Cu and Mg. In case of Cu there is four times higher concentration in the enriched top layer than is the average content in the bar. In case of Mg the enriching is about 2.5 times higher.

Identification of the distribution and morphology of Pb particles was made by using SEM. It was found that these particles had expressive colour contrast – white particles of globular or near to globular shape. From the structural view such shape meets the condition for good mechanical machinability of that alloy.

Conclusions

- With use of the colour metallography method it is possible to differ colours of the intermetallic phases with different chemical compositions and in such a way it is possible to determine them.
- The enriched top surface layer has high concentration of very important alloying elements from the point of view of heat treatment – precipitation hardening. That fact we can consider at the technology of heat treatment of such material.
- Pb produces an individual structural phase of globular or near to globular shape morphology that we can easily identify with use of SEM – white particles (Fig. 4).

Lektor: doc. Ing. Vladimír Ustohal, CSc.

POZNAMENEJTE SI

MACH – nová prezentace strojírenských technologií
14. – 16. 5. 2002, Praha

42. slovinské slévarenské dny
23. – 24. 5. 2002, Portorož, Slovinsko

METALFORUM – metalurgický a slévarenský veletrh
17. – 20. 6. 2002, Poznaň, Polsko

ALUMINIUM 2002 – mezinárodní veletrh a kongres
18. – 20. 9. 2002, Essen, Německo