

TECHNICKÁ UNIVERZITA V KOŠICIACH
STROJNÍCKA FAKULTA



ŠTRUKTÚRA A VLASTNOSTI MATERIÁLOV
Návody na cvičenia

doc. Ing. Anna GUZANOVÁ, PhD.
Ing. Dagmar DRAGANOVSKÁ, PhD.

EDÍCIA ŠTUDIJNEJ LITERATÚRY

Košice 2015

Recenzent: doc. Ing. Branislav HADZIMA, PhD.

ISBN 978-80-553-2402-9

	Strana
ÚVOD	4
CVIČENIE 1	5
URČOVANIE SMEROV A ROVÍN V KRYŠTALICKEJ MRIEŽKE - MILLEROVE INDEXY, FAKTOR PLNENIA MRIEŽKY	
CVIČENIE 2	11
METALOGRAFIA ŠTRUKTÚR Z DIAGRAMU Fe - GRAFIT	
CVIČENIE 3	15
METÓDY STANOVENIA ŠTRUKTÚRY MATERIÁLU OPTICKOU MIKROSKOPIOU	
CVIČENIE 4	21
METÓDY STANOVENIA ŠTRUKTÚRY MATERIÁLU ELEKTRÓNOVOU MIKROSKOPIOU.	
CVIČENIE 5	31
MAKROSKOPICKÉ POZOROVANIE ŠTRUKTÚRY MATERIÁLOV	
CVIČENIE 6	34
METÓDY KVANTITATÍVNEHO HODNOTENIA ŠTRUKTÚRNYCH PARAMETROV	
CVIČENIE 7	38
HODNOTENIE MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ A ŠTRUKTÚRY MATERIÁLOV PO VALCOVANÍ	
CVIČENIE 8	47
ŠTRUKTÚRA A VLASTNOSTI MATERIÁLOV PO TEPELNOM SPRACOVANÍ, JOMINIHO SKÚŠKA PREKALITEĽNOSTI	
CVIČENIE 9	54
HODNOTENIE ZVARITEĽNOSTI MATERIÁLOV	
CVIČENIE 10	59
METÓDY HODNOTENIA KORÓZNYCH VLASTNOSTÍ MATERIÁLOV	
CVIČENIE 11	70
DYNAMICKÉ RÁZOVÉ SKÚŠKY, VÝPOČET RÁZOVEJ HÚŽEVNATOSTI V OHYBE	
CVIČENIE 12	76
ŠTRUKTÚRA A VLASTNOSTI NEŽELEZNÝCH KOVOV A ZLIATIN	
CVIČENIE 13	82
NEDEŠTRUKTÍVNE TESTOVANIE VNÚTORNÝCH CHÝB MATERIÁLOV	
Literatúra	92

Úvod

Skriptum Štruktúra a vlastnosti materiálov – návody na cvičenia je určené ako učebná pomôcka pre poslucháčov bakalárskeho štúdia Strojníckej fakulty TU v Košiciach.

Predmet poskytuje poslucháčom fakulty rôznych študijných odborov prvého ročníka bakalárskeho štúdia ucelený prehľad v danej problematike a slúži tiež ako základný predmet pre poslucháčov materiálovo a technologicky zameraných študijných odborov.

Cieľom predmetu je, aby študent získal základný prehľad o štruktúre materiálov, používaných materiáloch v technickej praxi a skúšaní ich vlastností. Predmet vychádza zo štúdia vnútornej stavby materiálov a na jej základoch sú odvodzované vlastnosti jednotlivých materiálových skupín. To umožňuje konštrukciu vzťahov medzi štruktúrou a vlastnosťami materiálov, medzi štruktúrou a technológiou spracovania materiálov. Bez poznania týchto súvislostí v súčasnej dobe nie je možné vyrábať konkurencieschopné materiály, prvovýrobky a výrobky.

Cvičenia sú súčasťou učebného plánu uvedeného predmetu a majú čiastočne doplniť prednášky o niektoré nové učivo, precvičiť potrebnú časť odprednášanej látky a naučiť poslucháčov prakticky aplikovať teoretické vedomosti. Dúfame, že skriptum napomôže poslucháčom pri štúdiu a radi uvítame rady a pripomienky, vedúce k zlepšeniu obsahu tejto práce.

Na záver sa nám dovoľte poďakovať recenzentom za dôkladne preštudovanie rukopisu a ich cenné pripomienky k jeho obsahu i forme.

Košice, december 2015

Autori

CVIČENIE 1

Téma: URČOVANIE SMEROV A ROVÍN V KRYŠTALICKEJ MRIEŽKE - MILLEROVE INDEXY, FAKTOR PLNENIA MRIEŽKY**Základné teoretické poznatky**

Millerove indexy slúžia na popis polohy bodov, smerov a rovín v elementárnej mriežke. Zápis Millerových indexov pre kubickú mriežku pozostáva z 3 celých čísel, ktoré sú umiestnené v zátvorkách. Millerove indexy nesmú byť v tvare zlomkov.

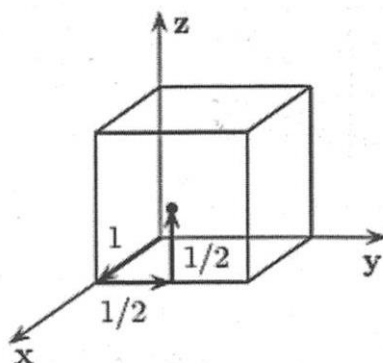
Millerove indexy v kubickej mriežke**1. Určenie polohy bodu**

Polohu bodu v kubickej mriežke stanovíme tak, že definujeme pohyb počiatočného bodu $\cdot 000 \cdot$ do príslušného bodu pozdĺž súradnicových osí. Pohyb bodu môže predstavovať buď 1 celý mriežkový parameter, alebo jeho určité násobky a zlomky. Zápis polohy bodu predstavujú 3 čísla – indexy umiestnené medzi bodkami, napr. $\cdot 121 \cdot$. V prípadoch, keď sa jedná o dvojčiferné čísla, medzi jednotlivé indexy sa píše čiarka, napr.

$\cdot 0,11,6 \cdot$

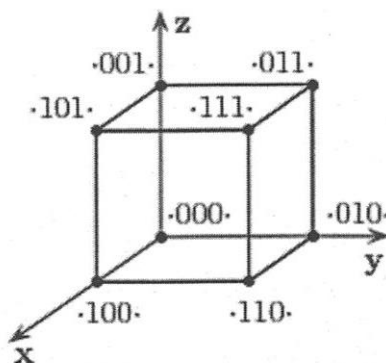
Príklad postupu pre určenie polohy bodu, obr. 1.1:

- pohyb po x –ovej osi predstavuje 1 celý krok. Po y –ovej 1/2 kroka a po z –ovej osi tiež 1/2 kroka. Poloha bodu bude teda $\cdot 1\frac{1}{2}\frac{1}{2} \cdot$



Obr. 1.1 Postup pri určovaní polohy bodu

Na obr. 1.2 sú označené všetky významné body v kubickej mriežke.



Obr. 1.2 Polohy významných bodov v kubickej mriežke

2. Určovanie smeru

Smer sa určuje podľa nasledovných pravidiel:

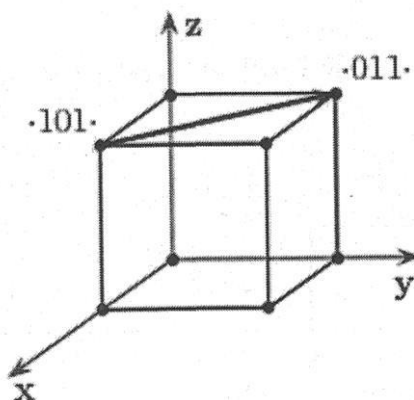
- Millerove indexy určíme ako rozdiel súradníc koncového a počiatočného bodu.
- Millerove indexy nesmú byť zlomky. Prípadné zlomky odstránime, tzn. že ich prevedieme na spoločného menovateľa.
- Indexy konkrétneho smeru dáme do hranatých zátvoriek „[]“

Príklad postupu pre určenie smeru:

- naznačený vektor, obr. 1.3, smeruje z bodu $\cdot 1\ 0\ 1 \cdot$ do bodu $\cdot 0\ 1\ 1 \cdot$, to znamená, že počiatočný bod je $\cdot 1\ 0\ 1 \cdot$ a koncový $\cdot 0\ 1\ 1 \cdot$
- rozdiel súradníc bude:

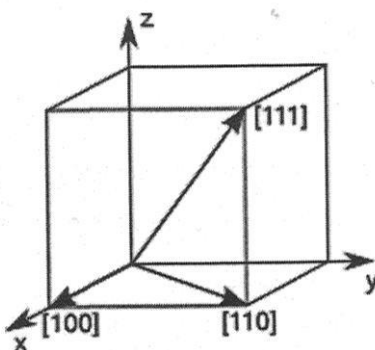
$$\begin{array}{r} 0\ 1\ 1 \\ - 1\ 0\ 1 \\ \hline \bar{1}\ 1\ 0 \end{array}$$

Millerove indexy určovaného smeru sú teda: $[\bar{1}\ 1\ 0]$

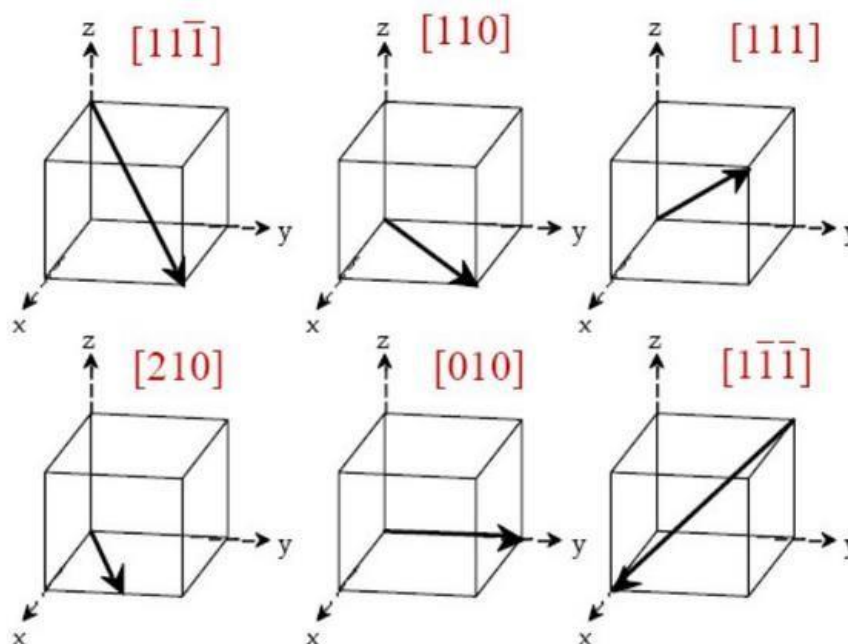


Obr. 1.3 Postup pri určovaní polohy smeru

Na obr.1.4 sú uvedené tri najvýznamnejšie smery v kubickej mriežke. Ďalšie príklady stanovenia smerov sú na obr.1.5.



Obr.1.4 Polohy významných smerov v kubickej mriežke



Obr. 1.5 Označenia niektorých smerov v kubickej mriežke

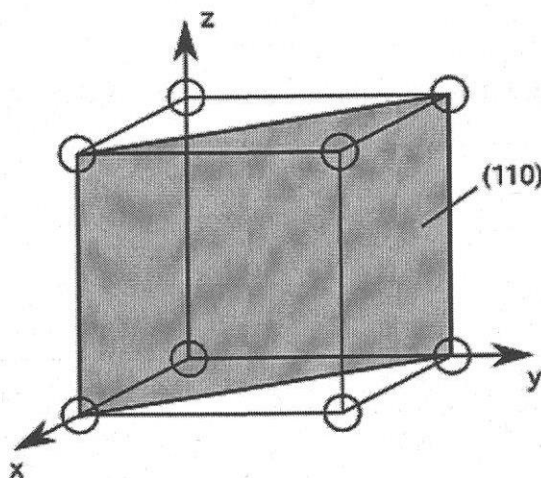
3. Určovanie roviny

Rovina sa určuje podľa nasledovných pravidiel:

- Stanovia sa úseky, ktoré vytína daná rovina na súradnicových osiach x, y, z.
- Z jednotlivých úsekov sa vytvoria ich prevrátené hodnoty
- Millerove indexy nesmú byť zlomky. Prípadné zlomky odstránime, tzn. že ich prevedieme na spoločného menovateľa.
- Indexy konkrétnej roviny dáme do okrúhlych zátvoriek „()“

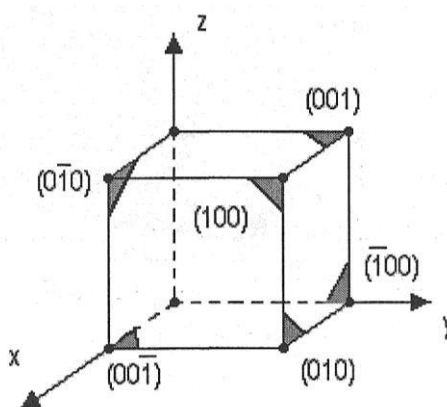
Príklad postupu pre určenie roviny, obr. 1.6:

- Stanovíme si úseky, ktoré rovina vytína na súradnicových osiach x, y, z, to znamená 1, 1, ∞ . Symbol ∞ znamená, že rovina je rovnobežná s osou z.
- Urobíme prevrátené hodnoty získaných čísel 1/1, 1/1, 1/ ∞ . Výsledkom sú hodnoty 1, 1, 0.
- Millerove indexy určovanej roviny sú **(1 1 0)**.



Obr. 1.6 Postup pri určovaní polohy roviny

Na obr.1.7 sú uvedené najvýznamnejšie roviny v kubickej mriežke.



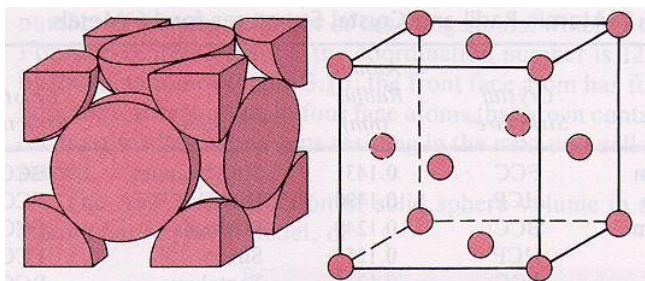
Obr.1.7 Polohy významných rovín v kubickej mriežke

VÝPOČET FAKTORU PLNENIA MRIEŽKY

Faktor plnenia mriežky – pomer objemu atómov v mriežke k objemu elementárnej mriežky vyjadruje, aká časť z objemu elementárnej mriežky je vyplnená atómom a aká časť mriežky je nevyplnená.

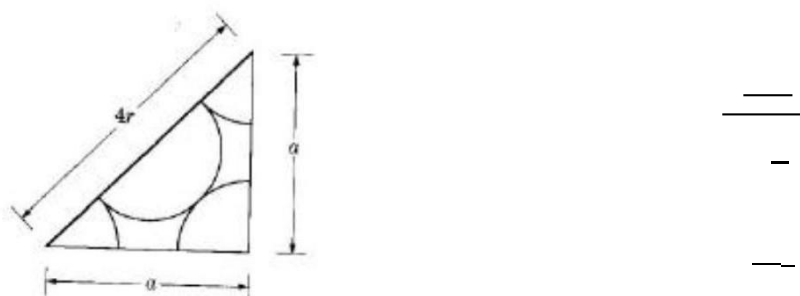
Kubická plošne centrovaná mriežka K12

K12 – číslo 12 znamená, že každý atóm mriežky susedí s 12 atómami, obr. 1.8.



Obr. 1.8 Polohy atómov v kubickej plošne centrovanej mriežke

Faktor plnenia mriežky K12 – pomer objemu atómov v mriežke k objemu elementárnej mriežky. Na 1 elementárnu mriežku pripadajú pri usporiadaní K12 **4 atómy**. Výpočet mriežkového parametra a (dĺžka hrany kocky kubickej mriežky), obr. 1.9:



Obr. 1.9 Výpočet mriežkového parametra a

kde: V_a – objem 1 atómu

V_m – objem elementárnej bunky mriežky

Objem 1 atómu (objem gule): _____

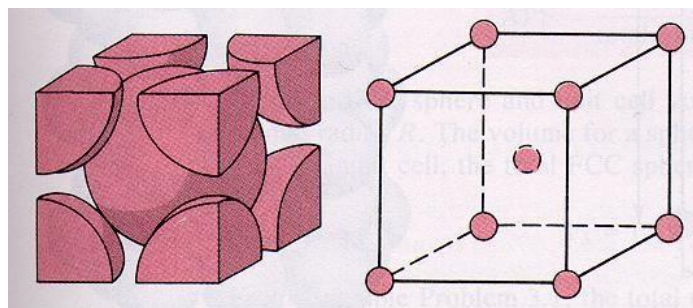
Objem elementárnej bunky mriežky (objem kocky s hranou a):

Po dosadení:

Faktor plnenia mriežky K12 je 74%.

Kubickej objemovo (priestorovo) centrovanej mriežky K8

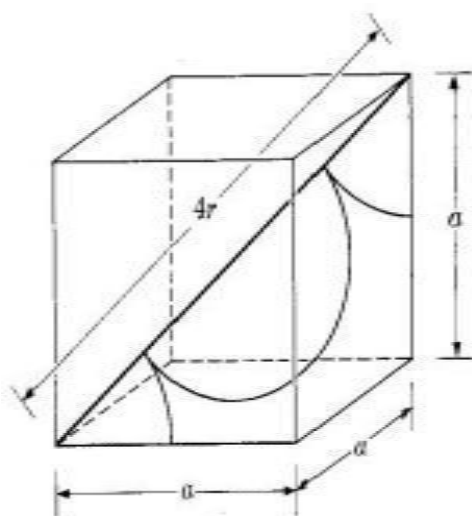
K8 – číslo 8 znamená, že každý atóm mriežky susedí s 8 atómami, obr. 1.20.



Obr. 1.20 Polohy atómov v kubickej priestorovo centrovanej mriežke

Faktor plnenia mriežky K8 – pomer objemu atómov v mriežke k objemu elementárnej mriežky. Vyjadruje, aká časť z objemu elementárnej mriežky (kocka s hranou a) je vyplnená atómom a aká časť mriežky je nevyplnená. Na 1 elementárnu mriežku pripadajú pri usporiadaní K8 **2 atómy**.

Výpočet mriežkového parametra a (dĺžka hrany kocky kubickej mriežky), obr. 1.21:



Z 1. trojuholníka:

Z 2. trojuholníka:

Obr. 1.21 Výpočet mriežkového parametra a

—

—

Kde: V_a – objem 1 atóm

V_m – objem elementárnej bunky mriežky

Objem 1 atómu (objem gule): —

Objem elementárnej bunky mriežky (objem kocky s hranou a):

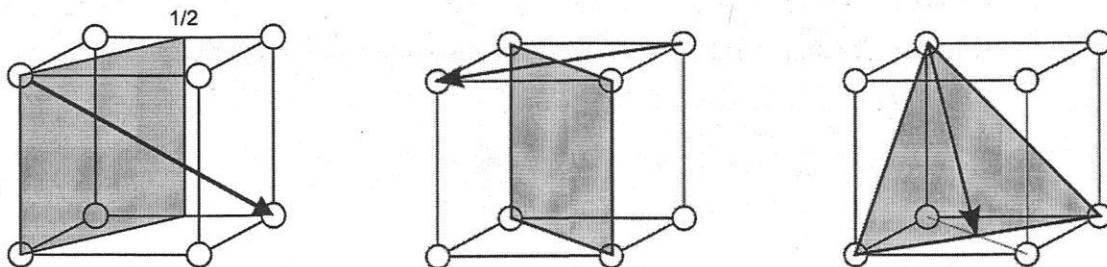
Po dosadení: —

$$\frac{\text{---}}{\text{---}} \frac{\text{---}}{\text{---}} \frac{\text{---}}{\text{---}} \frac{\text{---}}{\text{---}} \frac{\text{---}}{\text{---}}$$

Faktor plnenia mriežky K12 je 68%.

ÚLOHA:

Určte Millerove indexy vyznačených smerov a rovín na obr.1.22.



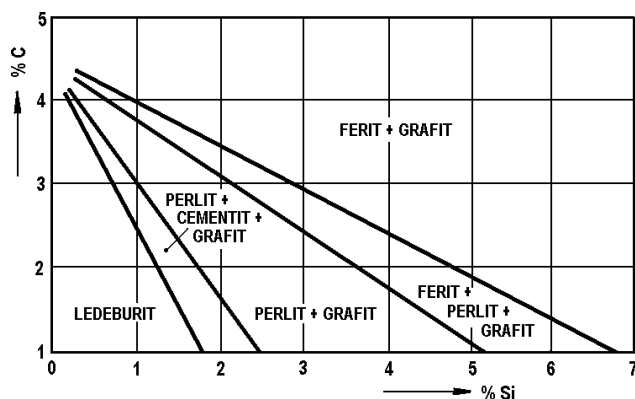
Obr. 22 Vyznačené smery a roviny v kubickej mriežke

CVIČENIE 2

Téma: METALOGRAFIA ŠTRUKTÚR Z DIAGRAMU Fe - GRAFIT

Základné teoretické poznatky

Podľa tejto sústavy kryštalizujú sivé liatiny – sú to zliatiny Fe + C a prímiesi s obsahom uhlíka nad 2,08%. Za vhodných podmienok môže uhlík v zliatinách so železom kryštalizovať priamo z taveniny a vylučovať sa z tuhého roztoku sekundárne vo forme grafitu. Vo forme grafitu sa môže vylúčiť uhlík, alebo len časť a zvyšok uhlíka sa vylúči potom vo forme cementitu. Rozhodujúci vplyv na vylučovanie grafitu má obsah uhlíka a kremíku (obr. 2.1). Z obrázku vyplýva že napr. pri obsahu 3% C a 4% Si sa všetok C vylúči vo forme grafitu a výsledná štruktúra bude feriticko – grafitická. Pri obsahu 3% C a 2% Si sa časť uhlíka rozpusteného v austenite vylúči pri eutektoidnej reakcii vo forme cementitu (ako súčasť perlitu) a výsledná štruktúra bude tvorená perlitom a grafitom.



Obr.2.1 Vplyv Si a C na štruktúru grafitickej liatiny

Druhým faktorom ktorý výrazne ovplyvňuje štruktúru liatin je rýchlosť ochladzovania, ktorá rozhoduje o difúzných podmienkach. So zvyšujúcou rýchlosťou sa potláčajú difúzne procesy. To znamená že pri obsahu 3% C a 3% Si môže vzniknúť v závislosti od rýchlosti ochladzovania rôzna matica grafitickej liatiny a to od feriticko – grafitickej až po ledeburitickú liatinu.

Sivá (grafitická) liatina je veľmi používaný konštrukčný materiál pre svoje výborne zlievarenské ako aj mechanické vlastnosti. Vlastnosti sivých liatin síce ovplyvňuje štruktúra matrice (ferit, ferit - perlit, perlit, perlit - cementit), ale rozhodujúci vplyv má tvar grafitu, ktorý má praktický nulovú pevnosť a preto pôsobí ako vrub vyvolávajúci koncentráciu napätia. Ak je grafit vylúčený v podobe drobných lupienkov, špičky napätia dosahujú 10 až 20 násobok vonkajšieho namáhania. Pevnosť v ťahu takejto liatiny je veľmi nízka (cca 100 MPa), ťažnosť prakticky nulová a liatina sa porušuje krehko.

Kryštalizáciu grafitu a tým aj jeho tvar môžeme podstatne ovplyvniť úpravou tekutého kovu pridávaním látok ovplyvňujúcich počet kryštalizačných zárodokov (očkovanie) alebo rast týchto zárodokov (modifikovanie). Očkovaním sa zjemní grafit a modifikovaním sa upraví jeho tvar. Medzi modifikované liatiny zaraďujeme liatiny s guľôčkovým a červíkovitým grafitom.

Výrazný vplyv grafitu na vlastnosti sivej liatiny a jeho veľká rozdielnosť od základnej kovovej hmoty sú príčinou, prečo sa štruktúra liatiny posudzuje z dvoch hľadísk:

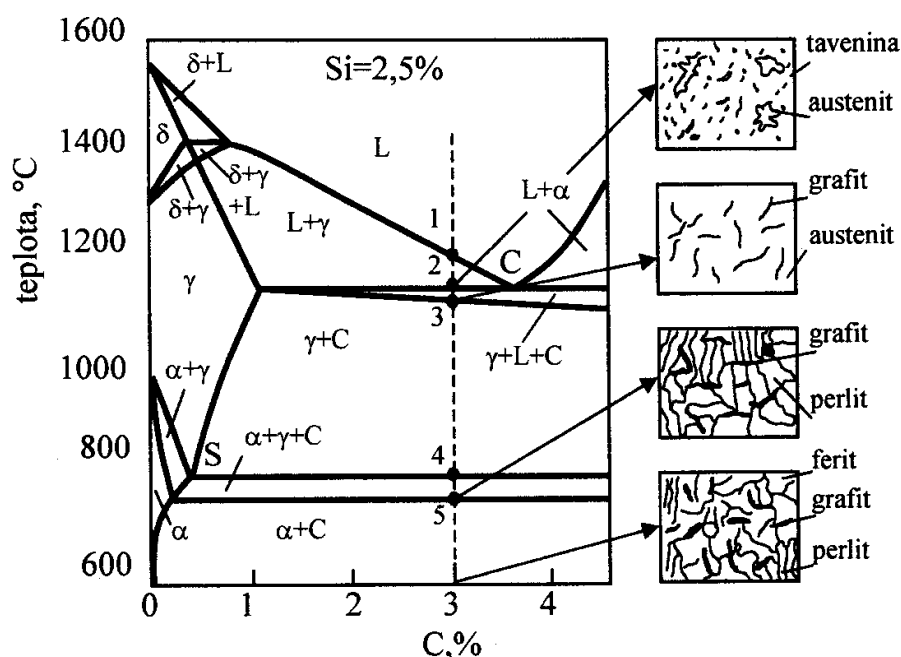
- z hľadiska základnej kovovej hmoty,
- z hľadiska tvaru a rozloženia grafitu.

Sivá liatina

Sivá liatina má v štruktúre lupienkový grafit. Jej kryštalizácia prebieha podľa stabilnej sústavy železo grafit vo veľmi ohraničenej miere, preto je vhodnejšie pre tento proces použiť vertikálny rez ternárnou sústavou Fe-C-Si (obr.2.2). Kryštalizácia

podeutektickej sivej liatiny začína vylučovaním austenitu (interval 1-2), nasleduje eutektická reakcia (2-3), znižovanie rozpustnosti uhlíka v austenite (3-4) a eutektoidná reakcia (4-5). Výslednú štruktúru tvorí kovový základ v ktorom je rozložený lupienkový grafit. Podľa štruktúry základnej kovovej hmoty môžeme sivé liatiny rozdeliť:

- *Perlitická sivá liatina* – v základnej perlitickej sú uložené lupienky grafitu (obr.2.3). Vzniká ak je obsah grafitických prísad v súlade s rýchlosťou ochladzovania. Je to dobrý konštrukčný materiál, preto väčšina odliatkov sa zhotovuje z tejto liatiny.
- *Perliticko-feritická* – väčšina základu je tvorená perlitom, ferit je hlavne vo forme ostrovčekov, grafit je uložený aj v perlite aj vo ferite (obr.2.4). Je to liatina mäkkšia, menej pevná ako perlitická. Prítomnosť feritu v liatine je potrebná vtedy, keď má ferit svojou tvárnosťou znižovať pnutia a znižovať tak nebezpečie praskania, napr. u valcov, kokíl.
- *Feritická* – všetok uhlík je vylúčený vo forme hrubých lupienok grafitu (obr.2.5). Vzniká pri pomalom ochladzovaní, alebo vysokom obsahu grafitizačných prísad (hlavne Si). Liatiny tohto druhu sú mäkké, málo pevné a preto málo používané.

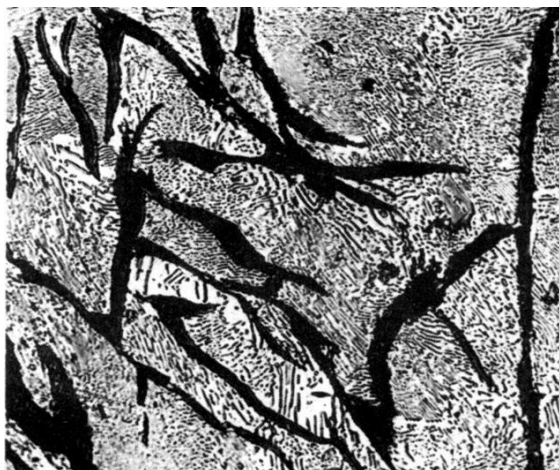


Obr.2.2 Rez ternárnou sústavou Fe-Si-C pre obsah 2,5% Si a schémy zmien štruktúry pri kryštalizácii sivej liatiny

Podľa STN 42 0461 sa hodnotí spôsob a druh vylúčeného grafitu, veľkosť a množstvo grafitu.

Zvláštne druhy liatin

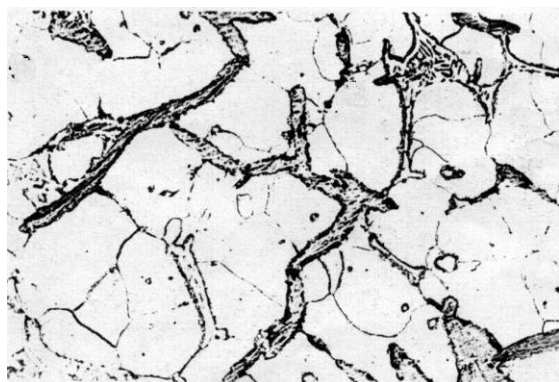
Očkované liatiny. Pre zlepšenie mechanických vlastností liatiny je potrebné dosiahnuť jemné vylúčenie grafitu. To dosiahneme pridaním očkovadlá (ferosilícium FeSi75 – zliatina Fe a Si so 75% Si) do roztavenej liatiny, ktoré pri kryštalizácii zvyšuje počet eutektických buniek a zjemňuje grafit. Očkovaním dosahujeme liatinu s jemným a rovnomerne rozloženým grafitom.



Obr.2.3 Mikroštruktúra perlitickej sivej liatiny, zv. 100 x



Obr.2.4 Mikroštruktúra perliticko feritickej sivej liatiny, zv. 100 x



Obr.2.5 Mikroštruktúra feritickej sivej liatiny. Feritické zrná a lupienky grafitu, zv. 120 x

Tvrdená liatina. Vhodnou voľbou chemického zloženia a rýchlym ochladzovaním povrchu odliatkov (napr. odlieváním do kovových foriem) sa získavajú odliatky s povrchom so štruktúrou bielej liatiny a vnútornou štruktúrou sivej liatiny. Takúto liatinu nazývame tvrdená.

Liatina s červíkovitým grafitom. Tvarovo sa červíkovitý grafit nachádza medzi lupienkovým a zrnitým – je to priestorovo rozvetvená častica so zaobleným ukončením vetví. Podstatou jej výroby je

taký spôsob modifikovania, ktorý zabezpečí neúplnú sferoidizáciu grafitu (napr. Mg + Ti). Liatina obsahuje min. 80% červíkovitého grafitu a max. 20% zrnitého grafitu. Štruktúra liatiny s červíkovitým grafitom je na obr.2.6.

Liatina s guľôčkovým grafitom

Liatina s guľôčkovým grafitom (tvárna liatina) obsahuje grafit vo forme guľôčok (globúl). Dosahuje sa pridaním modifikátorov (Mg, Fe-Si-Mg) do tekutého kovu pred odlieváním, ktoré ovplyvňujú rast zárodkov grafitu. Táto technológia sa nazýva modifikovanie. Guľôčkový grafit nespôsobuje takú koncentráciu napätí ako lupienkový a liatiny dosahujú vynikajúce vlastnosti ($R_m = 400-800$ MPa, $A = 2-20\%$). Štruktúra matrice môže byť perlitická, tvorená zmesou feritu a perlitu (obr.2.7), alebo feritická (obr.2.8) a závisí od chemického zloženia a rýchlosti ochladzovania.



Obr.2.6 Mikroštruktúra feriticko-perlitickej sivej liatiny s červikovitým grafitom, zv. 200 x

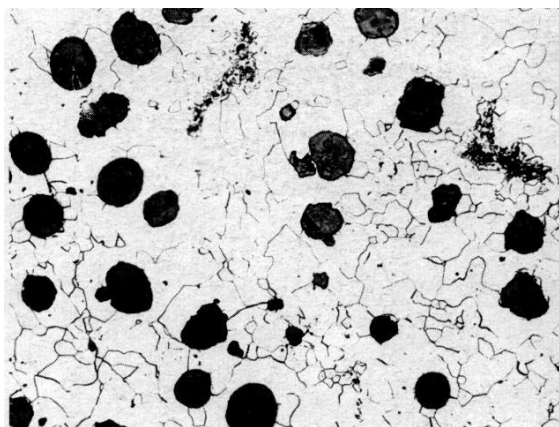


Obr.2.7 Mikroštruktúra tvárnej perlitickej liatiny, zv. 400 x

Temperovaná liatina

Temperovanie je vlastne dlhotrvajúce žihanie (ohrev na 950-1000 °C, 20-25 hod, pomalé ochladzovanie) odliatkov z bielej liatiny na dosiahnutie grafitizácie ledeburitického, resp. aj perlitického cementitu. Cementit možno odstrániť dvoma spôsobmi:

- oduhličiením, pri výrobe temperovanej liatiny s bielym lomom. Štruktúra je tvorená perlitom a pavúčkovitým grafitom (obr.2.9),
- rozkladom v tuhom roztoku (austenit alebo ferit) pri výrobe temperovanej liatiny s čiernym lomom. Cementit sa rozpadá príslušný tuhý roztok (austenit alebo ferit) a na grafit. Liatina má feritický kovový základ a temperovaný grafit.



Obr. 2.8 Mikroštruktúra tvárnej liatiny feritickej. Zv 100 x



Obr.2.9 Mikroštruktúra pavúčkovitého grafitu v neleptanom stave. Zv 100 x

ÚLOHA:

Optickým mikroskopom pozorujte mikroštruktúry zadaných zliatin:

- určite druh danej grafitickej liatiny,
- štruktúry nakreslite a popíšte štruktúrne zložky,
- určite zväčšenie použité pri pozorovaní,
- na zadanej štruktúre vykonajte vyhodnotenie grafitu.

CVIČENIE 3

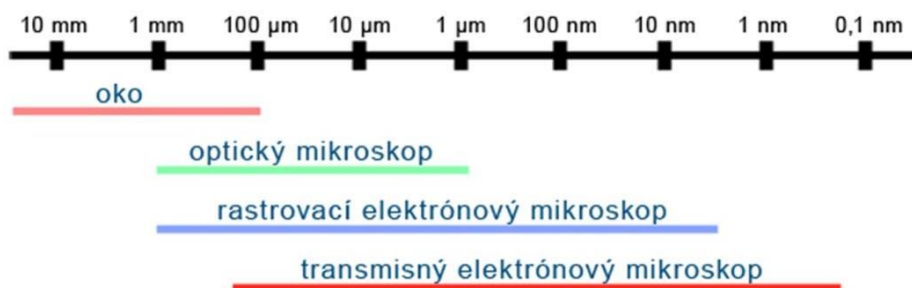
Téma: METÓDY STANOVENIA ŠTRUKTÚRY MATERIÁLU OPTICKOU MIKROSKOPIOU

Základné teoretické poznatky

Mikroskopia v oblasti viditeľného žiarenia je významnou metódou sledovania a hodnotenia rôznych druhov materiálov. Cielom je poznanie štruktúry, textúry, fázového zloženia a využitie týchto poznatkov pri výklade vlastností materiálov a pri hodnotení technologických postupov, ktoré ovplyvňujú mikroštruktúru a zloženie materiálov. Význam mikroskopického skúmania nie je len v možnosti priameho určovania fázového zloženia a jeho zmien, ale a v možnostiach vývinu, veľkosti, orientácie a vzájomného usporiadania kryštálov.

Pohľad na predmety a ich detaily do 100-násobného zväčšenia charakterizujeme ako makropohľad, pri výraznejších zväčšeniach hovoríme o mikropohľade.

Po vynájdení svetelného mikroskopu v polovici 17. storočia boli objavené tajomstvá obdivuhodného sveta malých predmetov, ktoré nie sme schopní pozorovať voľným okom. Rozvoj a zdokonaľovanie optiky viedli ku konštrukcii prístrojov so stále väčším a väčším zväčšením. Možnosti svetelného mikroskopu však postupne dosiahli svoje hranice. Častice menšie ako 1 μm už nebolo možné zreteľne a kvalitne pozorovať v každom svetelnom mikroskope. Rozsah použiteľnosti rôznych optických zariadení je uvedený na obr. 3.1.



Obr.3.1 Rozsah použiteľnosti rôznych optických zariadení

Jednou zo základných vlastností ľudského oka je jeho **rozlišovacia schopnosť**, ktorá je charakterizovaná hodnotou tzv. medze rozlíšenia a udáva najmenšiu vzdialenosť dvoch bodov, ktoré môžeme okom pozorovať ešte ako oddelené. K pozorovaniu predmetov alebo ich detailov, so značne menšími rozmermi, než je rozlišovacia schopnosť oka, je nevyhnutné použiť optické zariadenie. Pre najmenšiu vzdialenosť „d“ medzi dvoma opticky pozorovanými bodmi predmetu, pri ktorej ich vníma oko oddelene, platí Abbeho vzťah:

$$d = \frac{0,61\lambda}{n \cdot \sin\alpha}, \quad (1)$$

kde n je index lomu prostredia medzi predmetom a objektívom, α je apertúrny uhol a λ je vlnová dĺžka svetla vysielaného predmetom. Veličinu $n \cdot \sin\alpha$ – číslenu apertúru – je možné za účelom zvýšenia rozlišovacej schopnosti zväčšiť vyplňovaním priestoru prostredím s veľkým indexom lomu n (priehľadné kvapaliny). V tomto prípade hovoríme o imerzných sústavách. Keďže k zväčšeniu rozlišovacej schopnosti je potrebné znižovať vlnovú dĺžku

svetla, dochádza vo svetelných systémoch k nutnému obmedzeniu. Hraničná hodnota rozlišovacej schopnosti svetelného mikroskopu je okolo $0,2 \mu\text{m}$.

Pozorovanie štruktúry pomocou metalografického mikroskopu. Pri základných hodnoteniach mikroštruktúry sa využíva *svetelný metalografický mikroskop*. Na rozdiel od biologických preparátov, ktoré sú priesvitné, pri kovoch sa pracuje s mikroskopmi, založenými na princípe *odrazu svetelných lúčov* od skúmanej plochy. Schéma metalografického mikroskopu je na obr. 3.2. Obraz vytvorený objektívom pozorujeme (a ďalej zväčšujeme) okulárom.



Obr. 3.2 Svetelný metalografický mikroskop

Charakteristiky mikroskopu sú: rozlišovacia schopnosť, hĺbka ostrosti a celkové zväčšenie.

Rozlišovacia schopnosť mikroskopu je najmenšia vzdialenosť dvoch bodov, ktoré možno pri pozorovaní rozlíšiť. Závisí od vlnovej dĺžky použitého svetla λ a od číselnej apertúry objektívu A podľa vzťahu $d = \lambda / A$. Hodnota A závisí od indexu lomu n prostredia medzi objektívom a vzorkou a od otvorového uhla objektívu 2α (obr.5.2) podľa vzťahu:

$$A = n \cdot \sin \alpha. \quad (2)$$

Hĺbka ostrosti objektívu je schopnosť mikroskopu zobrazit' predmety medzi dvoma rovinami. Je nepriamo úmerná hodnote číselnej apertúry objektívu. Zatváraním apertúrnej clony sa zvyšuje hĺbka ostrosti, ale znižuje sa rozlišovacia schopnosť.

Celkové zväčšenie mikroskopu vypočítame ako súčin zväčšenia objektívu a okuláru:

$$Z = Z_{\text{obj}} \cdot Z_{\text{okul}} \quad (3)$$

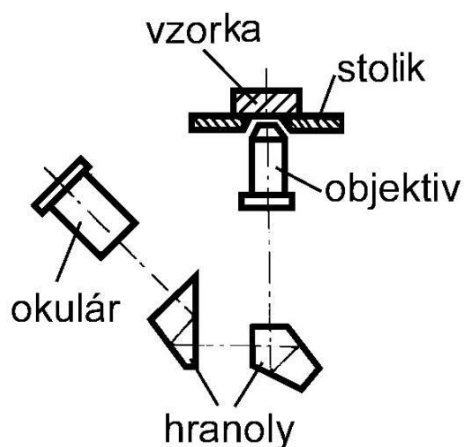
Objektív a okulár majú na objímke priamo udané zväčšenie. Zväčšenie okuláru ale nezvyšuje rozlišovaciu schopnosť. Pre jej zvýšenie musíme použiť objektív s väčším zväčšením a s väčšou číselnou apertúrou. Svetelným mikroskopom môžeme dosiahnuť skutočné zväčšenie maximálne 2000x.

Podľa spôsobu vzájomného uloženia týchto častí rozlišujeme mikroskopy:

- normálne – vzorka je uložená pod objektívom, obr. 3.3,
- prevrátené – vzorka je uložená nad objektívom, obr. 3.4.



Obr. 3.3 Schéma a vzhľad normálneho mikroskopu

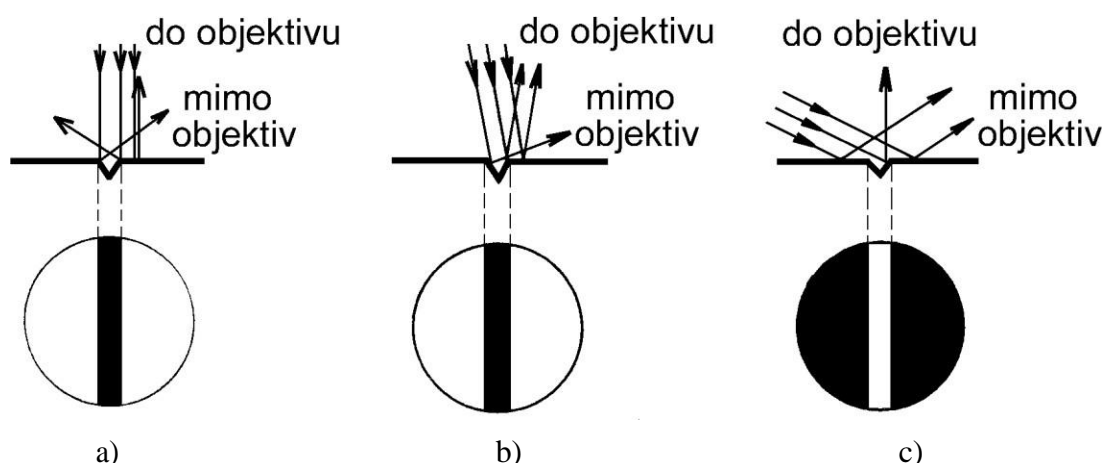


Obr. 3.4 Schéma a vzhľad prevráteného mikroskopu

Spôsoby pozorovania štruktúr

Štúdium pozorovania metalografických vzoriek sa realizuje v odrazenom svetle, vzorka je osvetľovaná zo strany objektívu. Podľa smeru dopadajúceho svetla je možné rozlíšiť pozorovanie:

- **v svetlom poli:**
 - *kolmé osvetlenie* (obr. 3.5 a) kde svetlo prechádza objektívom a osvetľuje vzorku zväzkom paprskov symetrickým s optickou osou objektívu. Lúče sa od plôch vzorky kolmých na túto os odrážajú späť do objektívu (plochy sa zobrazia ako svetlé), od nerovností sa lúče odrážajú mimo objektív (tieto sa preto zobrazia ako tmavé).
 - *šikmé osvetlenie s malým uhlom dopadu* (obr. 3.5 b) kde svetelné lúče dopadajú na plochu mierne šikmo, ich odraz a tvorba obrazu je podobná ako v predchádzajúcom prípade.
- **v tmavom poli** využíva šikmé osvetlenie s veľkým uhlom dopadu (obr. 3.5 c) kde svetelné lúče dopadajú na plochu vzorky pod veľkým uhlom, od plôch kolmých na os objektívu sa odrážajú mimo objektív (plochy sú na obraze tmavé), od nerovností sa odrážajú do objektívu (tieto plochy sa javia ako svetlé).

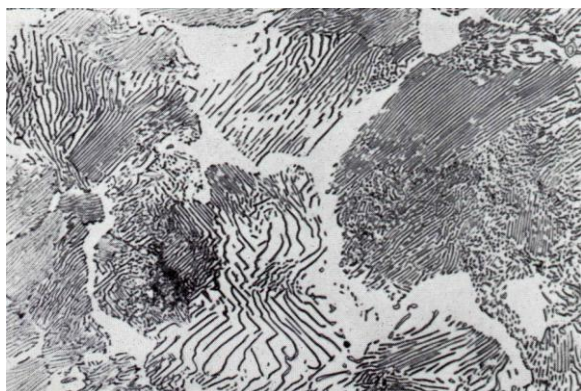


Obr. 3.5 Schéma možností osvetlenia vzoriek svetelným mikroskopom

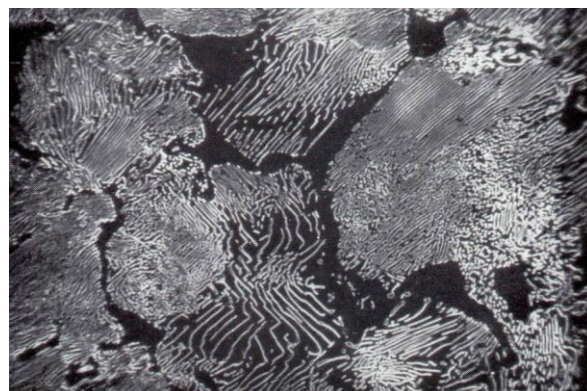
- a) svetlé pole - osvetlenie kolmo do objektívu
- b) svetlé pole - šikmé osvetlenie s malým uhlom dopadu
- c) tmavé pole - šikmé osvetlenie s veľkým uhlom dopadu

Pozorovanie v tmavom poli je používané hlavne v prípadoch, kedy je na ploche vzorky potrebné rozlíšiť detaily (napr. disperziu drobných častíc) – využíva sa pritom toho, že ľudské oko si všimne lepšie svetlejšiu časticu na tmavom poli ako naopak.

Feriticko – cementitická štruktúra na svetlom poli je znázornená na obr. 3.6 a (svetlé plochy feritu a tmavé lamely cementitu), rovnaká štruktúra je zobrazená v tmavom poli na obr. 3.6 b (tmavé plochy feritu a svetlé lamely cementitu).



a)



b)

Obr. 3.6 Feriticko – cementitická štruktúra pozorovaná a) v svetlom poli
b) v tmavom poli

Mikroštruktúry kovových materiálov z hľadiska ich vzniku môžeme rozdeliť do dvoch skupín:

1. primárne štruktúry,
2. sekundárne štruktúry.

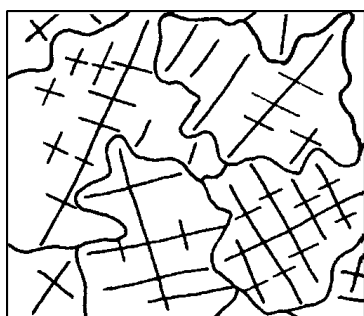
Primárna štruktúra vzniká ako výsledok kryštalizačného procesu pri tuhnutí kovu alebo zliatiny z tekutej fázy. Táto štruktúra ostáva čiastočne zachovaná až do teploty okolia. Charakteristickým znakom primárnej štruktúry sú stromčekové útvary v mikroštruktúre – tzv. dendrity. Schéma dendritickej štruktúry je na obr.3.7.

Sekundárna štruktúra sa vytvára premenou primárnej štruktúry pri následnom technologickom procese spracovania kovov, najmä po tvárnení a tepelnom spracovaní, kde dochádza ku prekryštalizácii a rekryštalizácii. Sekundárne štruktúry môžu byť:

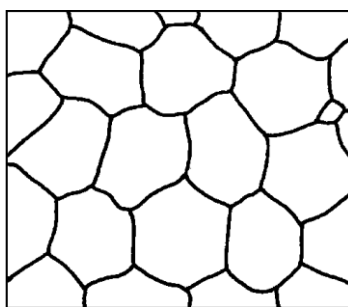
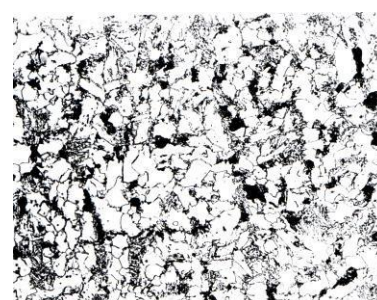
- a) - homogénne - obsahujú len jednu štruktúrnu zložku tvorenú jednou fázou - obr. 3.8,
- b) - heterogénne – obsahujúce dve alebo viac štruktúrnych zložiek.

Hlavné typy heterogénnych štruktúr sú:

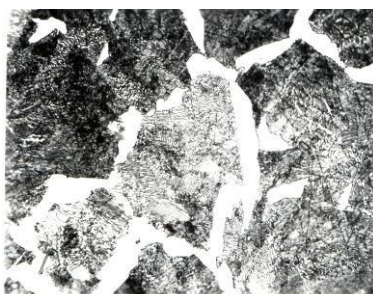
1. zmiešaná štruktúra – dve alebo viac fáz vylúčených vedľa seba - obr.3.9,
2. sieťová štruktúra – druhá fáza sa vylučuje po hraniciach zŕn - obr. 3.10,
- 3.ostrovková štruktúra – ak množstvo druhej fázy je malé vznikajú malé ostrovky uzavreté v základnej hmote - obr. 3.11,
- 4.ihlicovitá štruktúra – vzniká pri veľkých rýchlostiach ochladzovania, vznikajúce kryštály majú v rovine výbrusu vzhľad ihlíc - obr. 3.12,
- 5.globulárna štruktúra – druhá fáza sa vylučuje v tvare globuliek v základnej hmote - obr. 3.13,
- 6.riadkovitá štruktúra – vzniká u tvárnených materiáloch, kde jednotlivé štruktúrne zložky sú uložené v riadkoch - obr. 3.14.



Obr. 3.7 Dendritická štruktúra

Obr. 3.8 Homogénna
polyedrická štruktúra

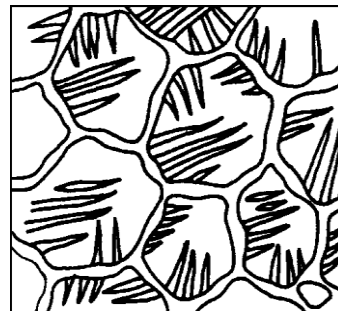
Obr. 3.9 Zmiešaná štruktúra



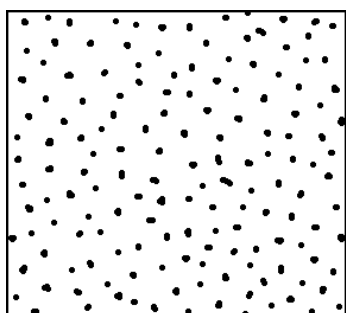
Obr. 3.10 Siet'ová štruktúra



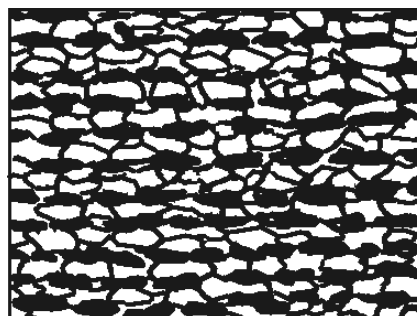
Obr.3.11 ostrovková štruktúra



Obr. 3.12 Ihlicovitá štruktúra



Obr. 3.13 Globulárna štruktúra



Obr. 3.14 Riadkovitá štruktúra

Úloha:

1. Vykonaňte mikroskopickú analýzu na zadaných vzorkách:
 - pozorované štruktúry zakreslite a určite zväčšenie,
 - charakterizujte pozorované štruktúry,
 - vypočítajte zväčšenie pozorovaného obrazu na základe zväčšenia objektívu a okuláru.

CVIČENIE 4

Téma: METÓDY STANOVENIA ŠTRUKTÚRY MATERIÁLU ELEKTRÓNOVOU MIKROSKOPIOU.**Základné teoretické poznatky**

V prípade potreby dosiahnuť lepšiu rozlišovaciu schopnosť ako poskytuje optická mikroskopia je nutné znížiť vlnovú dĺžku svetla – napr. nahradiť svetelné lúče zväzkom urýchlených elektrónov. Elektrónová mikroskopia vývojovo nadväzuje na svetelnú mikroskopiou, pričom transmisná elektrónová mikroskopia je jej priamym pokračovateľom. Elektrónová mikroskopia nie je obmedzovaná požiadavkou vysoko rovinného výbrusu – rastrovacia elektrónová mikroskopia umožňuje študovať aj hrubý povrch masívnych vzoriek (napr. lomové plochy). Pomocou transmisnej elektrónovej mikroskopie je možné zase pozorovať iba veľmi tenké vzorky – v podstate odtlačky povrchov metalografických vzoriek.

Prvé priemyselne vyrábané elektrónové mikroskopy (v ďalšom EM) sa objavili koncom roku 1939. EM je skvelým prostriedkom poznania mikroštruktúry sveta a odhalenie zákonitostí jeho stavby. Vrchol využitia predstavuje napr. zobrazenie atómovej štruktúry kryštálov materiálov používaných v technickej praxi, hlavne ich defektov, ktoré vedú k postupnej degradácii a strate pôvodných vlastností. Oblasť výskumu siaha od štúdia detailov submikroskopických štruktúr organizmov, vírusov a vnútornej štruktúry baktérií až po subštruktúru materiálov (kovov, keramiky, plastov).

Dĺžka vlny elektrónu závisí od jeho rýchlosti podľa vzťahu

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v} \quad (1)$$

h – Planckova konštanta, m – hmotnosť elektrónu a v – rýchlo elektrónu.

Zväčšovaním rýchlosti elektrónu je možné získať veľmi krátku vlnu. Použitím rýchlych elektrónov, ako lúčov pre mikroskop, bude *rozlišovacia schopnosť elektrónového mikroskopu* omnoho vyššia (0,2 nm) než pri použití svetla pri svetelnom mikroskope. V tom je jeden z podstatných rozdielov medzi elektrónovým a svetelným mikroskopom. Ďalšie rozdiely sú v praktickom prevedení konštrukcie a obsluhu zariadení. Šošovky SM sú zo skla, zatiaľ čo šošovky EM sú vytvárané magnetickým alebo elektrostatickým poľom. Prostredím, ktorým prechádzajú svetelné lúče SM je vzduch, v EM si elektrónové lúče vyžadujú vysoké vákuum, v ktorom môžu získať potrebnú kinetickú energiu vplyvom pôsobenia urýchľovacieho napätia U (desiatky kV). Pre rýchlosť častice – elektrónu, nositeľa záporného elektrického náboja e platí vzťah:

$$v = \sqrt{\frac{2Ue}{m}} \quad (2)$$

Vlnová dĺžka prúdu elektrónov v EM sa po dosadení numerických hodnôt konštánt rovná

$$\lambda = \frac{1.226}{\sqrt{U}} \quad (3)$$

Vlnová dĺžka viditeľného svetla je v rozmedzí približne 400 až 800 nm, zatiaľ čo vlnová dĺžka elektrónového lúča, dostatočne urýchleného, je rádovo iba tisícina nm. Obrovský rozdiel vo vlnovej dĺžke je základom väčších výkonov a oveľa lepšej rozlišovacej schopnosti EM. Ďalšou dôležitou podmienkou kvalitného EM popri rozlišovacej schopnosti je dostatočná **hĺbka ostrosti**, ktorú môžeme definovať ako maximálnu vzdialenosť dvoch rovnobežných rovín preparátu, ktoré sú ostro zobrazené, hoci nie sú rovnako vzdialené od šošovky. V prípade SM je hĺbka ostrosti podstatne menšia ako samotná rozlišovacia schopnosť. Hĺbka ostrosti EM pracujúceho pri optimálnych podmienkach je mnohonásobne väčšia (až 0,5 μm) ako rozlišovacia schopnosť EM a tiež niekoľkokrát väčšia ako hĺbka ostrosti SM. U EM je to hodnota 0,2 μm , čo znamená, že pri EM je vlastne vždy celý povrch študovaného preparátu ostro zobrazený.

Aby boli jednotlivé pozorované detaily rozlíšiteľné, je dôležité, aby spĺňali podmienky **kontrastu**. Podstata vzniku kontrastu pri SM je v rozdielnej absorpcii svetla rozličnými štruktúrami objektu. Ak predmet osvetľujeme polychromatickým svetlom, potom určitá časť predmetu viac zachytáva svetlo o jednej vlnovej dĺžke, druhá časť zase zachytáva svetlo o inej vlnovej dĺžke. Výsledkom je farebný obraz v rozličnej intenzite farieb.

Vznik obrazu v EM sa zásadne odlišuje od vzniku obrazu v SM. Hlavným zdrojom kontrastu elektrónmi vytvoreného obrazu spočíva v rozptyle elektrónov prechodom látkou objektu. Intenzita rozptylu elektrónov je priamo závislá od hrúbky a hustoty miesta objektu, ktorým elektróny prechádzajú a sú rozptyľované. Čím je miesto hrubšie a hustejšie, tým viac rozptyľuje elektróny. Čím je atómová hmotnosť prvkov pozorovaného objektu vyššia, tým atómy materiálu silnejšie rozptyľujú elektróny. Každý rozptyl elektrónu môžeme považovať za výsledok zrážky elektrónu s atómom. Ak elektrón po zrážke stráca energiu, ktorú odovzdáva atómu, ide o nepružný rozptyl, ak sa elektrón odráža bez straty energie, ide o pružný rozptyl. Podstatu kontrastu v EM vyvolávajú nepružne rozptyľované elektróny.

Z hľadiska princípu získania obrazovej informácie sa elektrónová mikroskopia delí na **transmisnú elektrónovú mikroskopiú (TEM)** a **rastrovaciu elektrónovú mikroskopiú (REM)**.

Transmisná elektrónová mikroskopia - TEM

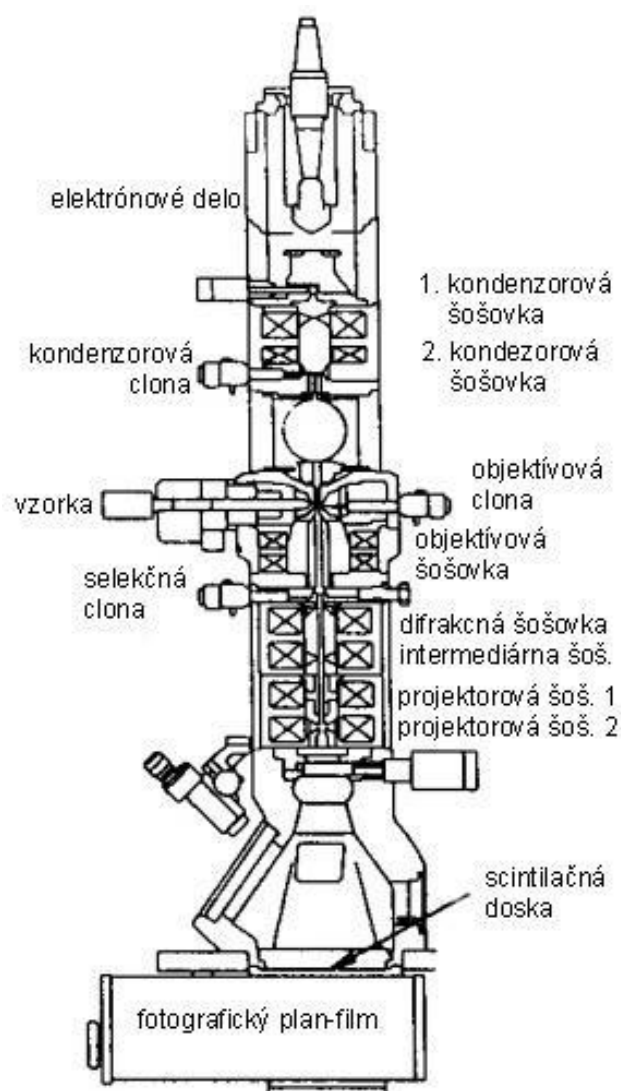
TEM pracuje analogicky ako svetelný mikroskop. Prúd urýchlených elektrónov – elektrónový lúč – je usmerňovaný elektromagnetickými šošovkami podobne ako svetelný lúč sklenenými optickými šošovkami, obr. 3.1.

TEM má dve základné časti:

- *Osvetľovacia sústava* - medzi zdrojom osvetlenia a vzorkou. Jej hlavným prvkom je tzv. elektrónové delo, ktoré je zdrojom urýchlených elektrónov,
- *Zobrazovacia sústava* - medzi vzorkou a miestom zobrazenia – držiak preparátu, objektív, medzišošovky, projektívy, pozorovacia clona.

Každý TEM má tieto časti:

- *elektronická* - súbor prvkov pre elektromagnetickú optiku,
- *vákuová* - má za cieľ vytvoriť v dráhe elektrónov dostatočné vákuum, ktoré zamedzí absorpcii elektrónov a oxidácii wolframového vlákna. Priestor pre vkladanie vzoriek je malý a oddelený od celkového objemu mikroskopu; po vložení vzorky je vákuum v tomto priestore rýchlo obnovené.
- *mechanická* - slúži k ovládaniu mikroskopu a k manipulácii so vzorkou.



Obr. 4.1 Časti transmisného elektronického mikroskopu

Klasická TEM dnes bežne dosahuje zväčšenia do 500 000-krát s rozlíšením pod 1nm. Pomocou vysokorozlišovacieho mikroskopu (HREM) možno dosiahnuť rozlíšenie na atomárnej úrovni.

Výhody TEM:

- je to priame pozorovanie štruktúry pomocou 3D,
- ako jediná metóda umožňuje zistiť Burgersov vektor dislokácie,
- umožňuje v jednom experimente určiť morfológiu (obraz) i štruktúru látky (difrakcia),
- vzhľadom na rozlíšenie vhodná pre nano-materiály.

Nevýhody TEM:

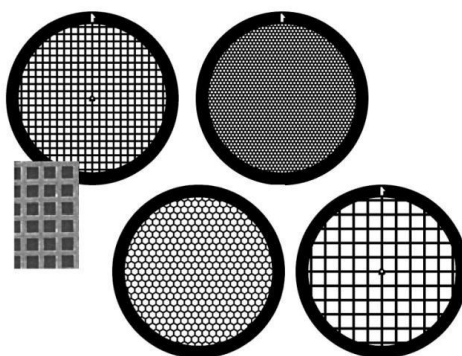
- metóda je deštruktívna,
- treba pripraviť tenkú fóliu pre urýchlené elektróny,
- prístroj i jeho prevádzka sú drahé,
- kvalita získanej informácie veľmi závisí od kvality prípravy tenkej fólie.

Príprava vzoriek pre TEM

Vzorky sú pripravované 2 spôsobmi podľa typu využívaného kontrastu:

- pre využitie absorpčného kontrastu sa pripravujú tzv. **otlačky (repliky)**, ktoré umožňujú študovať povrchové javy,
- pre využitie zmien kontrastu na nedokonalostiach kryštálovej stavby sa pripravujú tenké kovové vrstvy študovaného materiálu tzv. **tenké fólie**, ktoré poskytujú informácie o vnútornej štruktúre vzorky (napr. o hustote a rozložení dislokácií).

Spoločný znak vzoriek pre TEM - veľmi malá hrúbka, aby bola nízka absorpcia urýchlených elektrónov (0,1 až 0,2 mm). Takto tenký preparát sa vkladá do mikroskopu na prípravok - tzv. nosnú sieťku, ktorá má priemer 3 mm a je väčšinou vyrobená z tenkej mosadznej sieťoviny., obr. 4.2.



Obr. 4.2 Sieťky pre TEM

Príprava otláčkov (replík)

Z chronologického hľadiska rozdeľujeme otláčky na

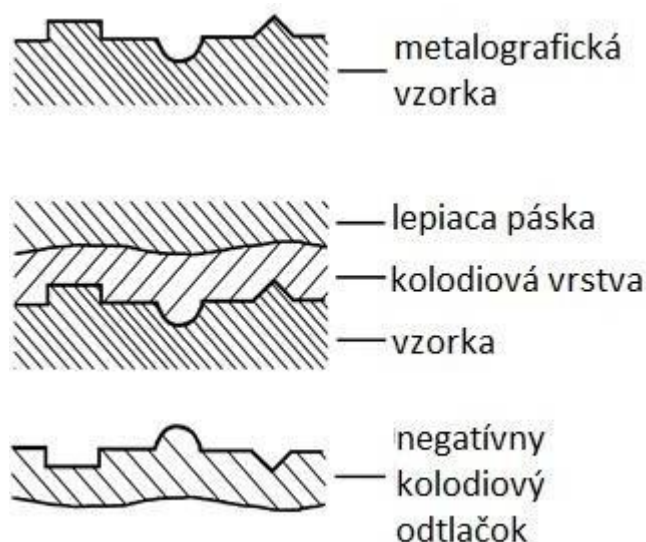
- jednostupňové negatívne otláčky,
- dvojestupňové (kolodium – uhlíkové) pozitívne otláčky,
- jednostupňové extrakčné otláčky.

- a) *jednostupňové negatívne otláčky* – základná požiadavka na vlastnosti repliky je nízka absorpcia prechádzajúcich elektrónov a preto sú tieto repliky pripravované z kolodia (je to roztok nitorcelulózy v octane amylnatom alebo v étere), pracovný postup je jednoduchý a nenáročný na laboratórne vybavenie.

Príprava jednostupňovej negatívnej repliky je schématicky znázornená na obr. 4.3. Na dôkladne odmastený povrch metalografickej vzorky sa kvapne malé množstvo kolodia, ktoré sa na základe nízkeho povrchového napätia ľahko rozlieva. Po odparení rozpúšťadla zostane na povrchu tenká vrstva. Pre odobratie kolodiové vrstvy z povrchu vzorky sa použije navlhčená papierová lepiaca páska, ktorá sa na kolodiovú vrstvu nalepí a nechá sa zaschnúť. Následne sa páska s prilepenou kolodiovou vrstvou sníme a položí sa na hladinu vody tak, aby papierová páska bola dole. Lepidlo sa vo vode rozpustí, páska sa uvoľní a klesne na dno. Kolodiový otláčok je zachytený na nosnú sieťku.

Nedostatkom metódy je časová náročnosť procesu a úspešné stiahnutie otláčku. Aby sa dal otláčok úspešne odobrať, musí mať dostatočnú hrúbku, čím je však hrúbka väčšia tým sú rozdiely medzi časťami otláčku menšie a znižuje sa tak medzi nimi kontrast.

Vzhľad perlitickej štruktúry pozorovanej pomocou jednostupňovej negatívnej repliky je na obr. 4.4.



Obr. 4.3 Príprava jednostupňovej negatívnej repliky

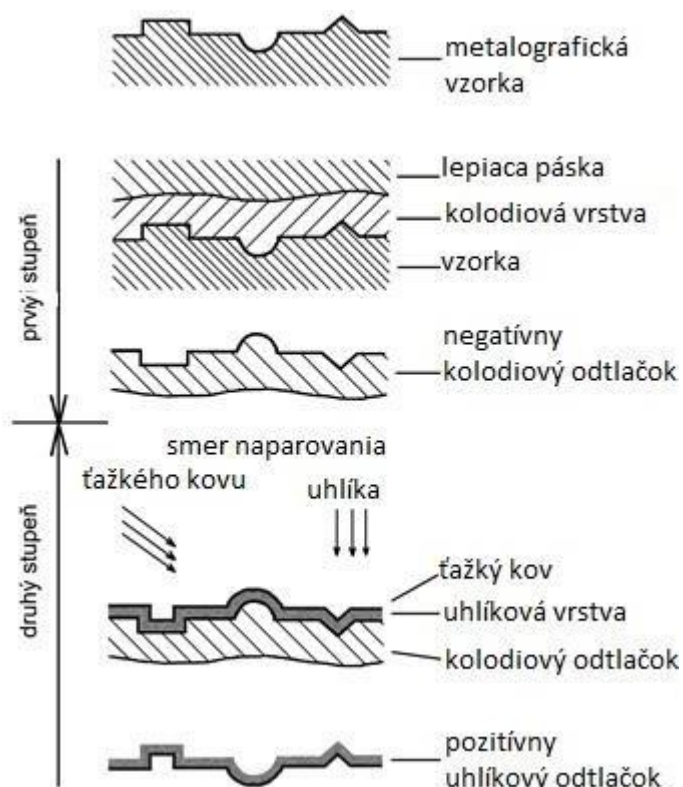


Obr. 4.4 Perlitická štruktúra pozorovaná pomocou jednostupňovej negatívnej repliky (svetlé lamely cementitu a hladké tmavé plochy feritu)

- b) *dvojstupňové (kolodium – uhlíkové) pozitívne odtlačky* – príprava dvojstupňových replík nadväzuje na prípravu jednostupňovej repliky. Na negatívny kolodiový odtlačok je vo vákuovom zariadení naparená vrstva amorfného uhlíka a pre zvýšenie kontrastu je na túto vrstvu naparený ťažký kov (najčastejšie Au alebo zliatina Au-Pd). Kolodium sa rozpustí a získa sa kontrastná vrstva amorfného uhlíka, ktorá je zachytená na nosnú sieťku.

Príprava dvojstupňovej pozitívnej repliky je schematicky znázornená na obr. 4.5. Takýto uhlíkový pozitívny druhý stupeň je veľmi tenký a preto tieto odtlačky dávajú veľmi dobrú rozlišovaciu schopnosť, ktorá je lepšia ako pri jednostupňových replikách. Ďalším prínosom tejto metódy je veľká časová úspora – príprava trvá asi 3 hodiny.

Vzhľad perlitickej štruktúry pozorovanej pomocou dvojstupňovej pozitívnej repliky je na obr. 4.6.



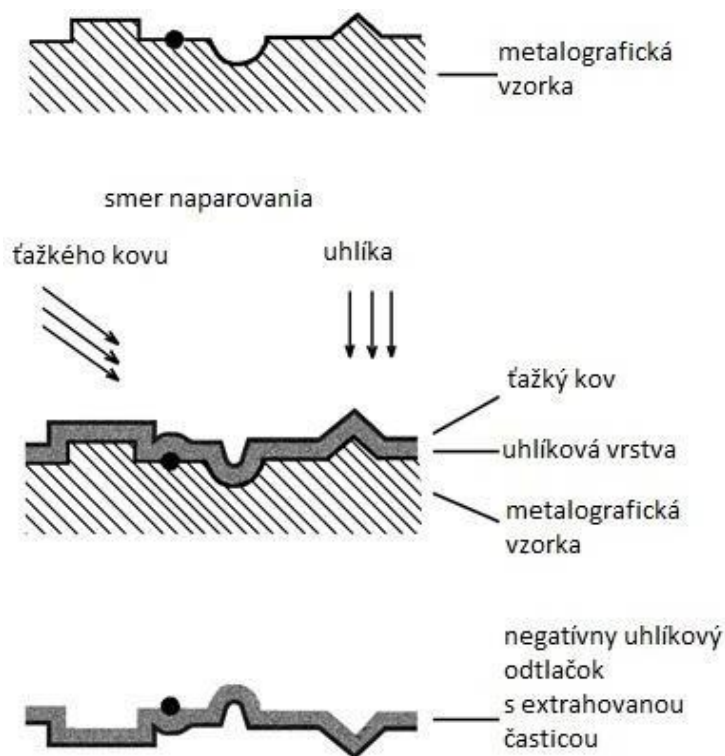
Obr. 4.5 Príprava dvojstupňovej pozitívnej repliky



Obr. 4.6 Perlitická štruktúra pozorovaná pomocou dvojstupňovej pozitívnej repliky

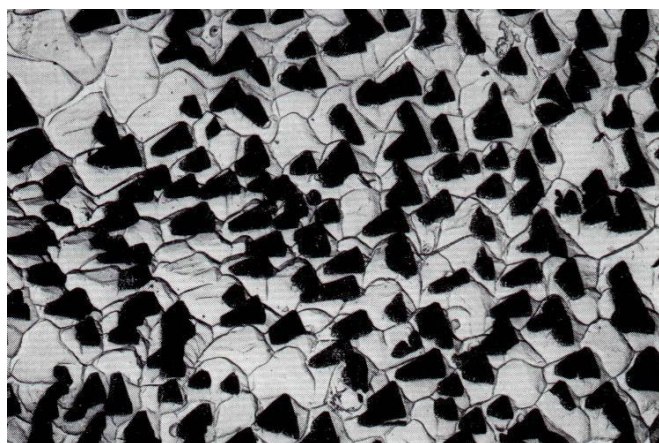
- c) *jednostupňové extrakčné otlaky* – priamo na povrch metalografickej vzorky je naparená vrstva amorfného uhlíka a ťažkého kovu (vynechaný je medzistupeň kolodiovej vrstvy). Uhlíkovú vrstvu nie je možné z povrchu odobrať mechanicky a preto musí byť odobraná chemicky – podleptaním. Výhodou je, že pri leptaní sú z povrchu kovu uvoľňované niektoré častice (napr. karbidy), ktoré zostanú zachytené v uhlíkovej vrstve a neskôr môžu byť identifikované (napr. pomocou

mikroanalýzy). Príprava jedноступňovej extrakčnej repliky je schematicky znázornená na obr. 4.7.



Obr. 4.7 Príprava jedноступňovej extrakčnej repliky

Výhodou je časová nenáročnosť prípravy vzorky – príprava je možná do 2 hodín. Nevýhodou je fakt, že pri podleptávaní uhlíkovej vrstvy je metallografická vzorka zničená. Na obr. 4.8 sú znázornené častice karbidov chrómu zachytené v jedноступňovej extrakčnej replike.

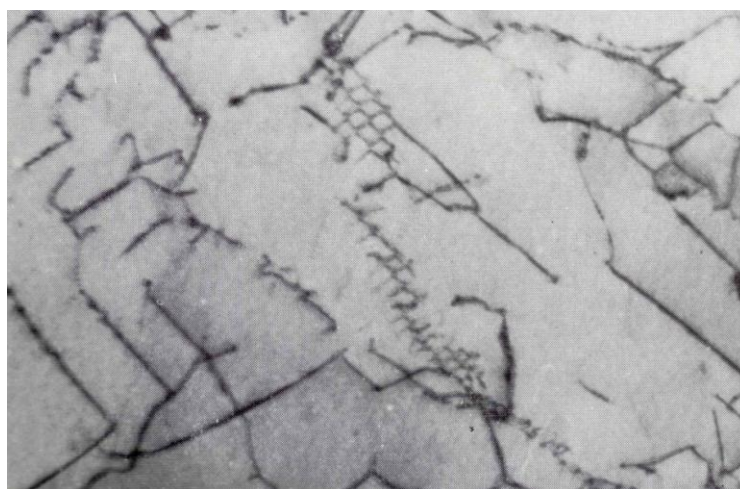


Obr. 4.8 častice karbidov chrómu zachytené v jedноступňovej extrakčnej replike

Tenké fólie – ich príprava je oveľa náročnejšia ako príprava replík, má obyčajne tieto 3 etapy:

- rezanie plátkov skúmaného materiálu buď elektroiskrovým spôsobom pomocou pohyblivého medeného drôtu alebo za použitia píly s diamantovým kotúčom,
- brúsenie je potrebné hlavne u plátkov oddelených elektroiskrovým spôsobom. Je potrebné dbať na to, aby nedošlo k prehriatiu alebo deformačnému ovplyvneniu vzorky,
- záverečné leštenie buď chemicky (ponorením plátku do vhodného roztoku), elektrolyticky (v kúpeli elektrolytu, kde vzorka je anódou a katóda je oceľová) alebo bombardovaním zväzkom iónov (táto metóda je časovo náročná, je však jediná, ktorú je možné použiť pri príprave transparentných fólií napr. zo silno heterogeénnych kovových zliatin alebo keramických materiálov.

Na obr. 4.9 sú zobrazené dislokačné čiary v nízkouhlíkovej oceli pozorované pomocou tenkej fólie.



Obr. 4.9 Dislokačné čiary v nízkouhlíkovej oceli

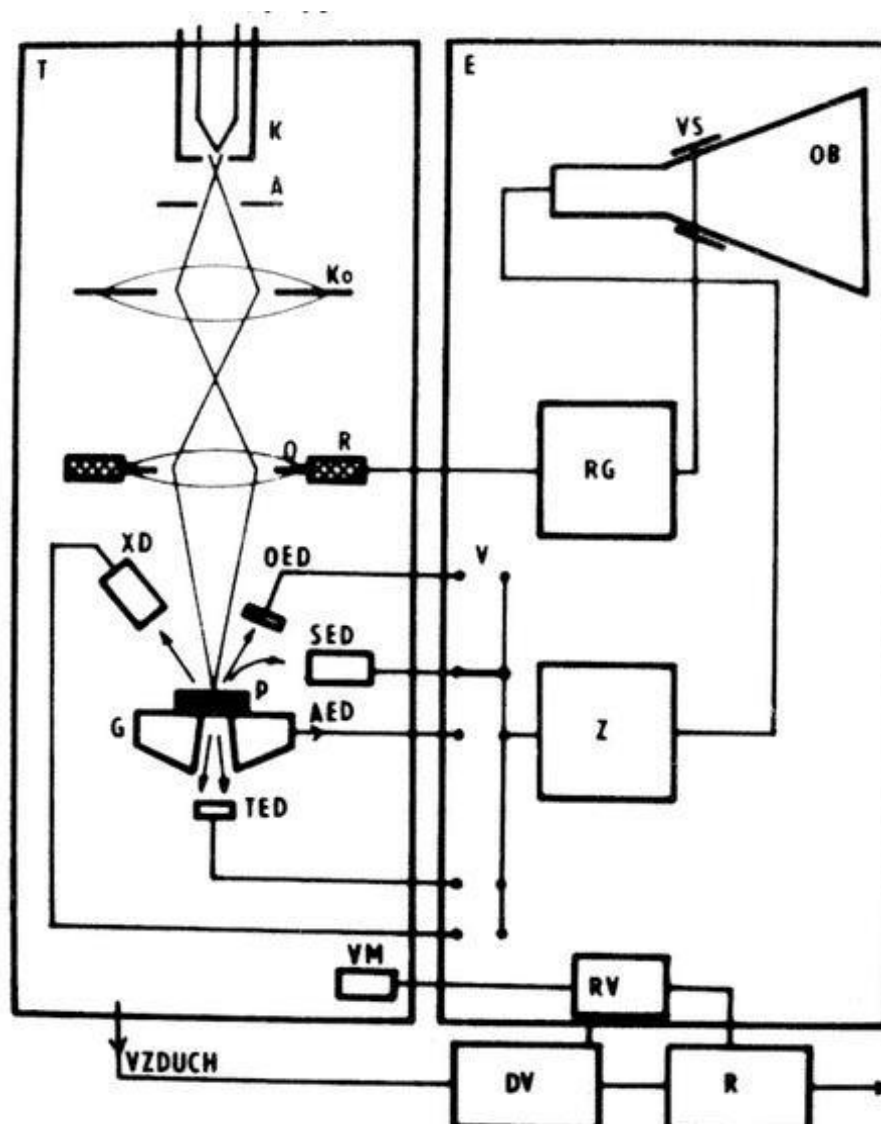
Rastrovacia (skenovacia) elektrónová mikroskopia (REM/SEM)

Rastrovacia (skenovacia) elektrónová mikroskopia (REM/SEM) je podobná transmisnej mikroskopii v tom, že pre osvetlenie používa zväzok elektrónov, ale rozdielna v tom, že:

- osvetľovaná vzorka nie je pre zväzok elektrónov priechodná, nakoľko má väčšiu hrúbku - rádovo v desiatkách mm,
- v priebehu zobrazovania sa mení vzájomná poloha zväzku a osvetľovanej vzorky – zväzok elektrónov rastruje povrch po riadkoch.
- REM pracuje tak, že presne koncentrovaný zväzok urýchlených elektrónov je vychyľovaný pomocou vychyľovacích cievok a postupne po riadkoch prechádza danú plochu na povrchu vzorky; v mieste interakcie zväzku so vzorkou vzniká signál, ktorý je zachytený vhodným detektorom, zosilnený a premietaný na obrazovku. Obraz celej pozorovanej plochy teda vzniká postupne riadok po riadku a pomocou obrazoviek je možné tento obraz skúmanej plochy pozorovať.

Rastrovací elektrónový mikroskop, ktorého schéma je na obr. 4.10, sa ukázal ako jeden z najuniverzálnejších prístrojov na analýzu mikroštruktúrnych charakteristík pevných

látok. Hlavnou príčinou širokého využitia rastrovacieho elektrónového mikroskopu (REM) je vysoká rozlišovacia schopnosť pri skúmaní masívnych objektov. Sériovo vyrábané prístroje dosahujú v súčasnosti hodnoty $\sim 3 \text{ nm}$ (30 \AA).



Obr. 4.10 Schéma rastrovacieho elektrónového mikroskopu

K – katóda, A – anóda, Ko – kondenzor, O – objektív, R – scanovacie cievky, P – preparát (vzorka), G – goniometrický stolík, TED – detektor transmitovaných elektrónov, AED – detektor absorbovaných elektrónov, SED – detektor sekundárnych elektrónov, OED – detektor odrazených elektrónov, XD – detektor rtg. žiarenia, VM – vákuová mierka, VS – vychyľovací systém obrazovky, OB – obrazovka, RG – rastrovací generátor, V – prepínač, Z – zosilňovač, RV – regulátor vákuu, DV – difúzna výveva, R – rotačná výveva

Nesporne veľkou prednosťou je aj veľká hĺbka ostrosti, o dva až tri rády vyššia ako u optických mikroskopov. Veľká hĺbka ostrosti a jednoduchosť interpretácie zobrazených predmetov dovoľujú získať významnú informáciu o topografii objektov v rozsahu zväčšení od 50 do 100 000x. Tento rozsah zväčšenia s dostatočnou rezervou prekrýva rozsahy zväčšení optického mikroskopu, na spodnej hranici rozsahu a transmisného elektrónového mikroskopu, na jeho hornej hranici. REM dovoľuje pozorovať kontrast elektrických

a magnetických mikropolí. Mapovanie rozloženia elektrických potenciálov a meranie lokálnych elektrických potenciálov sú postupy využívané pri hľadaní nefunkčných častí integrovaných obvodov. Tieto postupy je možné vykonávať ako v statickom, tak aj v dynamickom režime činnosti integrovaných obvodov. A v neposlednom rade rozšírené používania rastrovacieho elektrónového mikroskopu je spojené aj s podstatne jednoduchšou prípravou vzoriek na pozorovanie ako je to v prípade transmisného elektrónového mikroskopu.

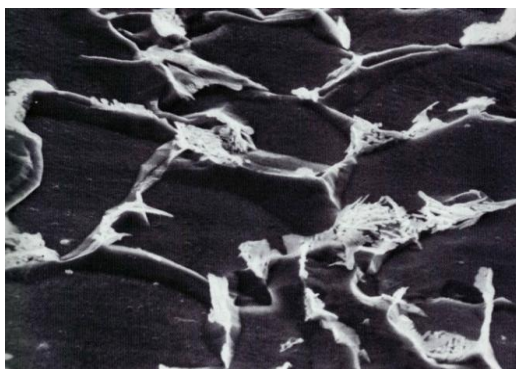
Príprava vzoriek pre REM

Základnou požiadavkou pre hodnotenie vzoriek v REM je vodivosť povrchovej časti preparátu. Pre kovové elektricky vodivé materiály je ďalším požiadavkom čistota hodnoteného povrchu; znečistené vzorky sú čistené v ultrazvukových čističkách.

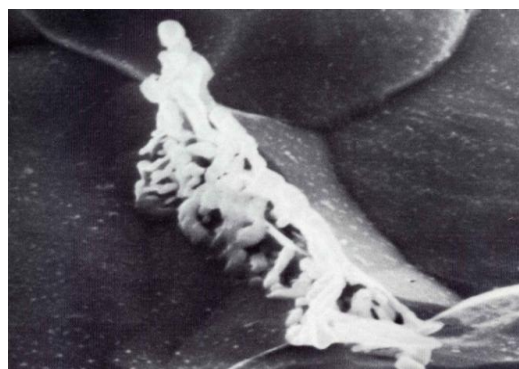
Na elektricky nevodivých materiáloch môže byť vodivá vrstva vytvorená:

- vodivým nástrekom
- naparením vrstvy amorfného uhlíku alebo ťažkého kovu (najčastejšie zlata) z bodových vysokoteplotných zdrojov
- naprašovaním ťažkého kovu v iontových naparovacích zariadeniach vo vysokonapäťovom poli s minimálnym tepelným efektom z veľkoplošného zdroja, pričom kondenzuje jako súvislá vrstva po celom povrchu.

Na obr. 4.11 a 4.12 sú zábery štruktúry cementitu sledovaného pomocou REM.



Obr. 4.11 Cementit vylúčený po hraniciach feritických zŕn



Obr. 4.12 Detail častice cementitu na hranici feritických zŕn

Úloha

Na zadanej vzorke identifikujte typ štruktúry a jednotlivé štruktúrne zložky pomocou REM.

CVIČENIE 5

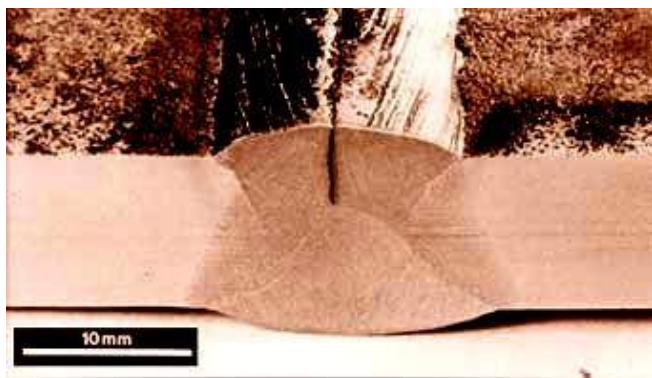
Téma: MAKROSKOPICKÉ POZOROVANIE ŠTRUKTÚRY MATERIÁLOV

Základné teoretické poznatky

Pozorovanie materiálov priamo voľným okom, lupou alebo pomocou mikroskopu pri malom zväčšení (max. 30 násobnom) sa označuje ako makroskopické pozorovanie. Makroskopická analýza umožňuje:

1. pozorovanie chýb materiálu,
2. pozorovanie chemickej nerovnorodosti,
3. pozorovanie makroštruktúry výrobkov a polotovarov,
4. charakter porušenia strojných častí.

1. Pozorovanie chýb materiálov



Obr.5.1 Trhlina vo zvarovom spoji

Chyba je odchýlka polotovaru alebo výrobku od ich predpísaných vlastností. Z hľadiska materiálu sú to hlavne necelistvosti – porušenie súvislosti výrobku. Patria tu trhliny, dutiny, póry, vmestky, vločky a pod. Vznikajú v technologickom procese výroby alebo počas prevádzky súčasti. Necelistvosti môžeme pozorovať na brúsenom, resp. leštenom povrchu..

Niekedy sa necelistvosti

zanesú splodinami brúsenia resp. leštenia a nie sú viditeľné, a preto sa ich povrch leptá roztokmi kyselín. Na obr. 5.1 je makrosnímka zvarového spoja s trhlinou.

Príprava povrchu vzoriek pre makroskopické skúšky sa riadi účelom skúšky. Niekedy môžeme leptat' vzorky bez akejkoľvek úpravy, najčastejšie však povrch vzorky musíme brúsiť.

2. Pozorovanie chemickej nerovnorodosti.

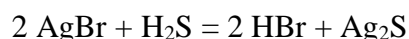
2.1. Stanovenie rozloženia síry v oceliach pomocou Baumanovho odtlačku

Síra je jeden z prímiesových prvkov, ktoré sa dostávajú do ocele v priebehu jej výroby a tvoria siričkové vtrúseniny. Ich nerovnorodosť alebo usmernenosť rozloženia v oceli môže obmedziť jej použitie na niektoré konštrukčné časti. Charakter rozloženia síry určujeme pomocou Baumannovho odtlačku. Metóda je založená na chemickej reakcii medzi sírou prítomnou v materiáli na ploche výbrusu a citlivou vrstvou fotografického papiera. Postup prípravy je nasledovný:

- brúsenie povrchu materiálu na hrubších a potom na jemnejších brúsnych papieroch, až po dosiahnutie požadovanej kvality povrchu,
- očistenie povrchu vatou namočenou v alkohole,
- fotografický papier namočíme do 5 %-ného roztoku H_2SO_4 (pri dennom svetle) po dobu 5-10 minút. Po jej uplynutí papier vyberieme z roztoku a priložením filtračného papiera odsajeme nadbytočnú vlhkosť,

- na fotocitlivú vrstvu tato pripraveného papiera pritlačíme povrch vzorky na dobu 1-2 minúty.
- papier vyperieme v prúde vody a necháme v ustaľovači cca 10 minút. Dôkladne opláchneme vo vode (cca 30 min.) a potom papier osušíme.

Na papieri môžeme potom sledovať tmavé škvrny, ktoré dokumentujú rozloženie síry na povrchu vzorky ocele. Tieto tmavé škvrny vznikajú reakciou sírníkov FeS a MnS (v ktorých je viazaná siera v oceli) a kyselinou sírovou za vzniku H₂S, ktorý pôsobí na emulziu fotografického papiera:

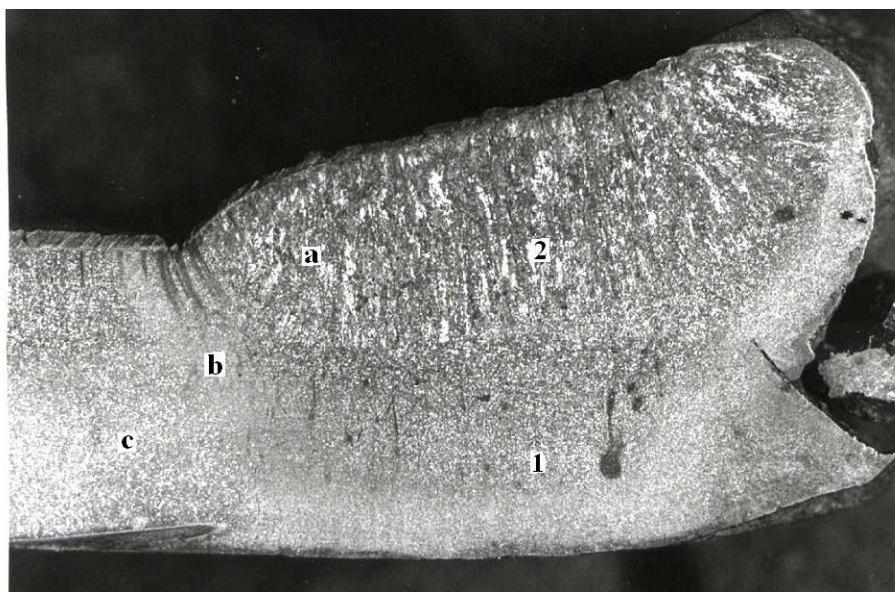


Ag₂S na fotografickom papieri sa prejavuje vo forme tmavých škvŕn.

2.2. Vytvorenie makroštruktúry zvarového spoja

Zváranie je technológia spájania materiálov ktorá sa dnes používa v širokom meradle v rôznych konštrukčných oblastiach. Zvarový spoj musí splniť určité kvalitatívne požiadavky. Makroskopická analýza zvarového spoja umožňuje získať dôležité informácie o chybách zvaru, technológii jeho výroby a technologických parametroch.

Postup prípravy vzorky spočíva v brúsení, leštení a nasledovným hlbokým leptaním namočením povrchu vzorky do leptadla na dobu 2-10 minút. Ako leptadlo môžeme použiť zriedenú HCl, nital (2-5% roztok HNO₃ v metylalkohole), 10-15% vodný roztok persíranu amonného. Po leptaní nasleduje oplach destilovanou vodou, metylalkoholom a vysušenie vzorky fénom.



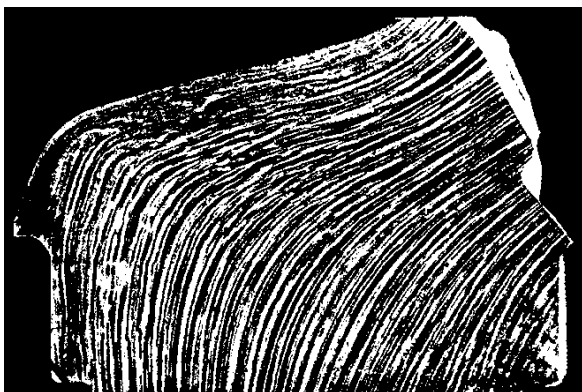
Obr.5.2 Makroštruktúra zvarového spoja

- Pri makroskopickom pozorovaní zvarového spoja môžeme rozlíšiť tri oblasti (obr.5.2):
- a - oblasť zvarového kovu, ktorá vzniká natavením prídavného a časti základného materiálu v procese zvarovania,
 - b - tepelne ovplyvnenú oblasť základného materiálu, v ktorej dochádza v dôsledku tepla pri zvarovaní ku zmenám štruktúry.
 - c - oblasť základného materiálu, ktorá si zachováva svoju pôvodnú štruktúru počas zvarovania. Zvar bol vyhotovený ako dvojvrstvový, pozostáva s koreňovej húsenice 1

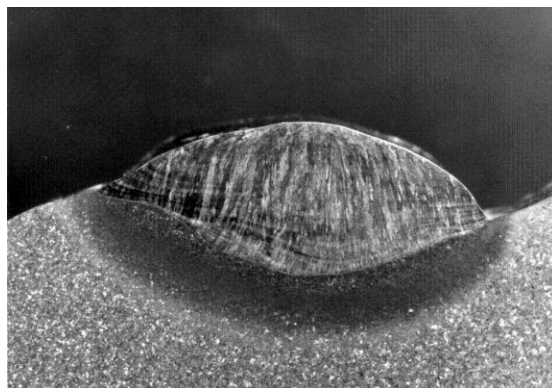
a krycej húsenice 2, v ktorej môžeme pozorovať vysokú orientovanosť štruktúry. Z obrázku je vidieť, že v dôsledku namáhania došlo k porušeniu zvarového spoja. Lomová plocha prebieha cez tepelne ovplyvnenú oblasť.

Zvarový spoj sa hodnotí z hľadiska výskytu chýb (trhliny, bubliny, zavarená troska, studené spoje), z hľadiska charakteru a veľkosti tepelne ovplyvnenej zóny a pravidelnosti prechodu od zvarového kovu k základnému materiálu.

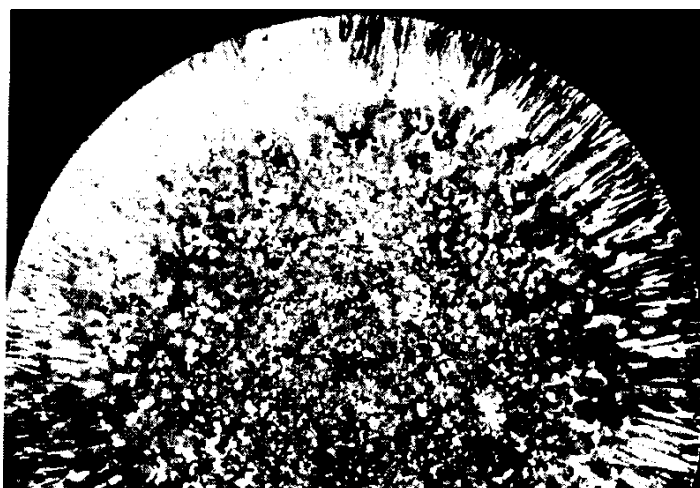
Metódu hlbokého leptania môžeme úspešne použiť na zistenie priebehu vlákien tvárnených materiálov (obr.5.3), na sledovanie liatej štruktúry odliatkov (obr.5.4), návarov (obr.5.5), na zistenie hĺbky prekalenej a chemicko-tepelne spracovanej vrstvy a pod.



Obr.5.3 Priebeh vlákien výkovku



Obr.5.5 Makroštruktúra návaru



Obr. 5.4 Makroštruktúra bronzového ingotu

Úloha:

1. Pomocou Baumannovho odtlačku stanovte makroskopické rozloženie síry v ocelovej vzorke.
2. Vykonajte makroskopickú analýzu zvarového spoja. Nakreslite ho, popíšte jednotlivé oblasti a určite:
 - druh zvaru (kútový, tupý X, V, Y, U zvar),
 - technológiu zvarovania (ROZ, automatické zvarovanie),
 - šírku TOO v mm,
 - počet a postup kladenia jednotlivých vrstiev,
 - makroskopické chyby zvaru.

CVIČENIE 6

Téma: METÓDY KVANTITATÍVNEHO HODNOTENIA ŠTRUKTÚRNYCH PARAMETROV

Základné teoretické poznatky

KVANTITATÍVNA STEREOLOGIA - definovaná ako „...podstata metód používaných pre prieskum 3-D priestoru v prípade, ak sú dostupné iba 2-D prierezy tuhými telesami alebo ich projekcie na povrchu telies.“ Podstatou stereológie je meranie parametrov ovplyvňujúcich vlastnosti materiálu, vykonané na rovinatej ploche na vyslovenie záverov o objemových charakteristikách mikroštruktúry.

Prvým krokom pri použití kvantitatívnych (stereologických) metód na hodnotenie štruktúrnych parametrov je ujasnenie si cieľa merania a teda zadefinovanie parametrov, ktoré majú byť hodnotené. Najčastejšie v praxi tieto kontrolné merania zahŕňajú stanovenie veľkosti zŕn, objemový podiel fáz alebo zložiek, medzilamelárnu vzdialenosť, stupeň sferoidizácie a pod.

Použitie kvantitatívnych metód má svoje uplatnenie pri kvalitatívnych kontrolách výrobkov, ale aj pri zisťovaní vzťahov medzi štruktúrou a vlastnosťami hodnotených materiálov. Sú využiteľné pre fyzikálnu metalurgiu, kde slúžia na analýzu fázových premien a kinetiky týchto procesov. Analýzou porušených povrchov je tiež možné objasniť spôsob ich porušenia a zároveň aj určiť jeho dôvod.

Metódy hodnotenia:

- **Hodnotenie podľa noriem pomocou etalónov.**

Základné hodnotenie štruktúrnych parametrov je vykonávané porovnávaním hodnotenej štruktúry s etalónmi alebo pomocou testovacích mriežok, pričom obe tieto techniky sú popísané v normách pre hodnotenie príslušného materiálu a daných štruktúrnych parametrov. Podľa etalónov hodnotíme napr. veľkosť zrna, grafit v liatinách (tvar, veľkosť, príp. rozloženie)

- **Hodnotenie pomocou testovacích mriežok.**

Vzhľadom k ich jednoduchému použitiu a dostatočnej presnosti výsledkov sú v technickej praxi vo veľkej miere využívané testovacie mriežky. Testovacie mriežky sa využívajú na hodnotenie veľkosti zŕn (metodiky merania sú uvedené aj v normách), inklúzií a hodnotenie grafitu, ako aj na hodnotenie plošného podielu fáz.

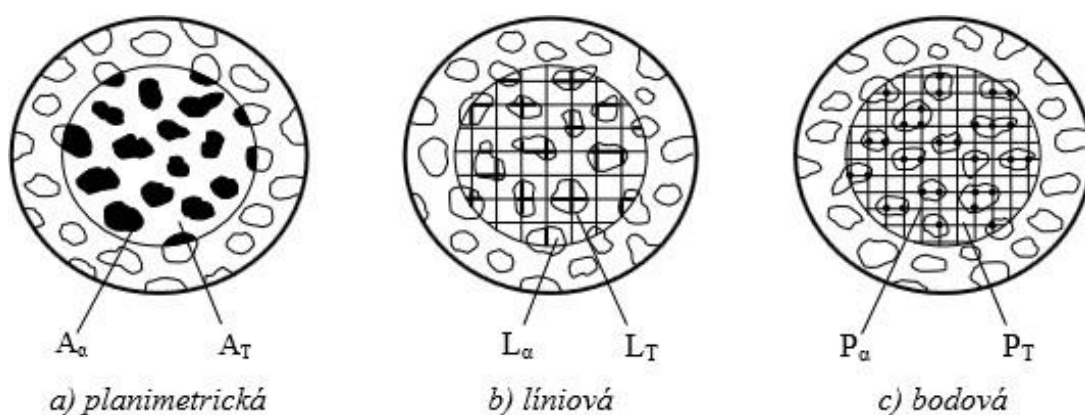
OBJEMOVÝ PODIEL FÁZ A ŠTRUKTÚRNYCH ZLOŽIEK

Určenie objemového podielu fáz alebo štruktúrnych súčastí je jednou z najdôležitejších charakteristík štruktúry. Obraz, ktorý pozorujeme v mikroskope, je vždy obrazom rovinného rezu štruktúrou. Popisom priestorových útvarov na základe ich rovinných rezov sa zaoberá stereológia.

Základným východiskom je **Cavalieriho-Hacquetov zákon**, z ktorého vyplýva, že objemový podiel fázy v jednotke objemu a plošný podiel fázy v jednotke plochy sú totožné.

Existujú 3 postupy, ktorými je možné určiť plošný podiel na základe kvantitatívneho hodnotenie 2D plôch (obr. 6.1):

1. Planimetrická (plošná) metóda – je založená na zmeraní podielu plochy A_a na reze vzorky, pripadajúcej na analyzovanú fázu v jednotke skúmanej plochy.
2. Líniová (lineárna) metóda – rovinou rezu je vedená čiara rovnobežná s osou x s dĺžkou L. Vyznačí sa veľkosť úsečiek, ktoré sú prinikom skúšobnej čiary a plochy analyzovanej fázy a určuje sa podiel dĺžky skúšobnej priamky pripadajúcej tejto štruktúrnej zložke k celkovej dĺžke priamky.
3. Bodová metóda – je potrebné použiť tzv. kontrolný bod alebo 2D testovaciu mriežku. Po priložení testovacej mriežky na hodnotenú plochu sa spočíta počet bodov, ktoré pretínajú hodnotenú fázu P_a . Body, ktoré ležia v bodoch mriežky alebo na jej hraniciach sa počítajú ako polovičná hodnota.



Obr.6.1 Metódy stanovenia objemového podielu fáz a štruktúrnych zložiek

MERANIE OBJEMOVÉHO PODIELU LINEÁRNOU (LÍNIOVOU) METÓDOU

Úloha:

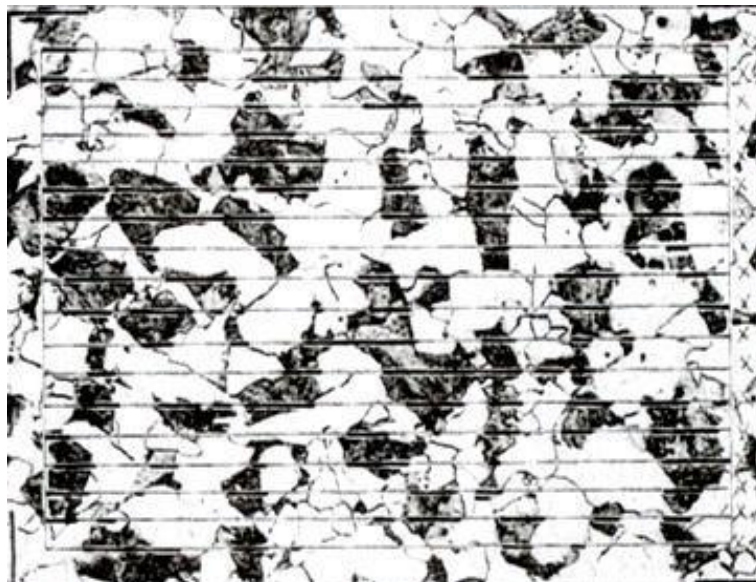
Stanovte objemový podiel perlitu lineárnou metódou (tmavé oblasti na metalografickom výbruse) na obraze mikroštruktúry feriticko – perlitickej ocele pri zväčšení 310 (obr.6.2).



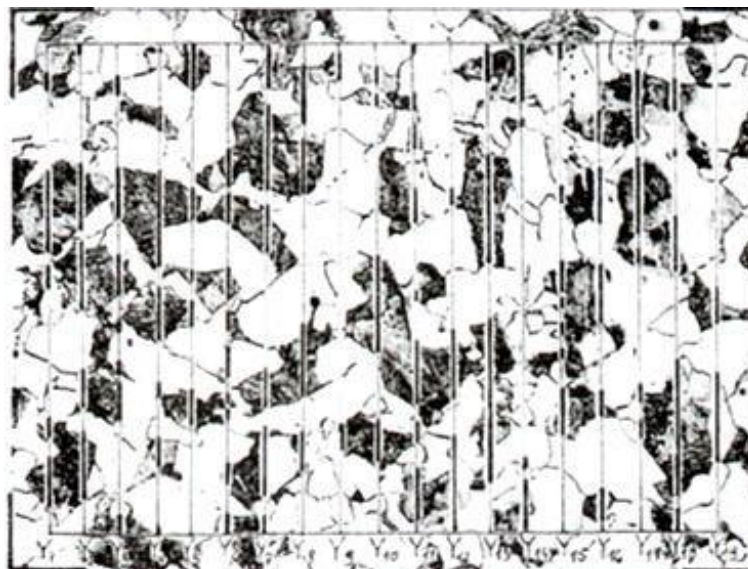
Obr. 6.2 Mikroštruktúra feriticko-perlitickej ocele, zv. 310x

Postup hodnotenia:

1. Vyznačenie zorného poľa (celá vzorka) a nanosenie sústavy skúšobných priamok:
 - Horizontálnych skúšobných priamok (napr. 18x90mm) a vyznačenie úsekov vo fáze (obr. 6.3)
 - Vertikálnych skúšobných priamok (napr. 19x66mm) a vyznačenie úsekov vo fáze (obr. 6.4)
2. Meranie dĺžky vytŕatých úsekov a spočítanie ich počtu (tab. 6.1)



Obr. 6.3 Obráz mikroštruktúry s horizontálnymi skúšobnými priamkami



Obr. 6.4 Obráz mikroštruktúry s vertikálnymi skúšobnými priamkami

Tab. 6.1 Zápis nameraných úsekov

Skúšobná čiara	Dĺžka úsečiek vo fáze L_f [mm] L_f [mm]	Dĺžka skúšobnej čiary L [mm] L [mm]
x1		90
x2		90
x3		90
x4		90
x5		90
x6		90
x7		90
x8		90
x9		90
x10		90
x11		90
x12		90
x13		90
x14		90
x15		90
x16		90
x17		90
x18		90
y1		66
y2		66
y3		66
y4		66
y5		66
y6		66
y7		66
y8		66
y9		66
y10		66
y11		66
y12		66
y13		66
y14		66
y15		66
y16		66
y17		66
y18		66
y19		66
Celkový súčet		2874

$$V_v = (L_f / L) \cdot 100 [\%]$$

L - celková dĺžka skúšobných priamok [mm]

L_f – celková dĺžka vyťatých úsekov vo fáze [mm]

V_v – objemový podiel fázy [%]

CVIČENIE 7

Téma: HODNOTENIE MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ A ŠTRUKTÚRY MATERIÁLOV PO VALCOVANÍ**Základné teoretické poznatky**

Technológie tvarovania materiálov:

- odlievanie
- **tvárnenie** (forming, plastic working, deformation)
- obrábanie
- zváranie
- prášková metalurgia

Tvárnenie je technológia, pri ktorej sa dosahuje výrazná zmena tvaru spôsobenej veľkou plastickou deformáciou vonkajším účinkom síl a súčasne dochádza k výraznej zmene **mikroštruktúry** kovov následne aj ich **mechanických vlastností** a to bez porušenia súdržnosti materiálu.

Tvárniteľnosť – schopnosť tvárneného telesa plasticke sa deformovať bez porušenia celistvosti materiálu.

Deformačná schopnosť – schopnosť plasticke sa deformovať do vzniku medzných podmienok spôsobujúcich porušenie súdržnosti materiálu.

Kovy kladú voči plastickej deformácii odpor (**pretvárnny odpor**), ktorý závisí od mnohých parametrov, napr. od teploty tvárneného materiálu, rýchlosti deformácie, stavu napätosti, chemického zloženia materiálu, stupňa deformácie, podmienok trenia medzi nástrojom a materiálom a pod.

Podľa toho, či body tvárneného telesa ležiace v jednotlivých rovinách ostanú v týchto rovinách, alebo sa dostanú do inej roviny rozlišujeme **tvárenie plošné** (rovinné) a **objemové** (hutnícke).

Objemové (hutnícke) (solid, flow forming)

valcovanie
kovanie
ťahanie (drôtov)
pretlačovanie
špeciálne metódy

Plošné (rovinné)

lisovanie plechov
ohýbanie
hlboké ťahanie (plechov)
strihanie a pod.

Tvárniteľnosť P závisí od nasledujúcich skupín faktorov:

$$P = f(A, B, C, D)$$

A – metalurgicko – fyzikálne faktory (chemické zloženie materiálu, štruktúrny stav, tepelne aktivované deje)

B – termomechanické činitele (teplota tvárnenia, veľkosť deformácie, deformačná rýchlosť)

C – napätový stav (hlavné napätie od vonkajších síl, ďalšie prídavné napätia)

D – technologické podmienky spracovania (vonkajšie trenie na stykovej ploche, nerovnomerná deformácia materiálu, geometria tvárniaceho procesu, tepelno-časový a deformačný priebeh histórie spracovania, spôsob deformácie materiálu)

Tvárnenie rozdeľujeme podľa teploty tvárneného materiálu:

- tvárnenie za studena
- tvárnenie za poloochrevu
- tvárnenie za tepla

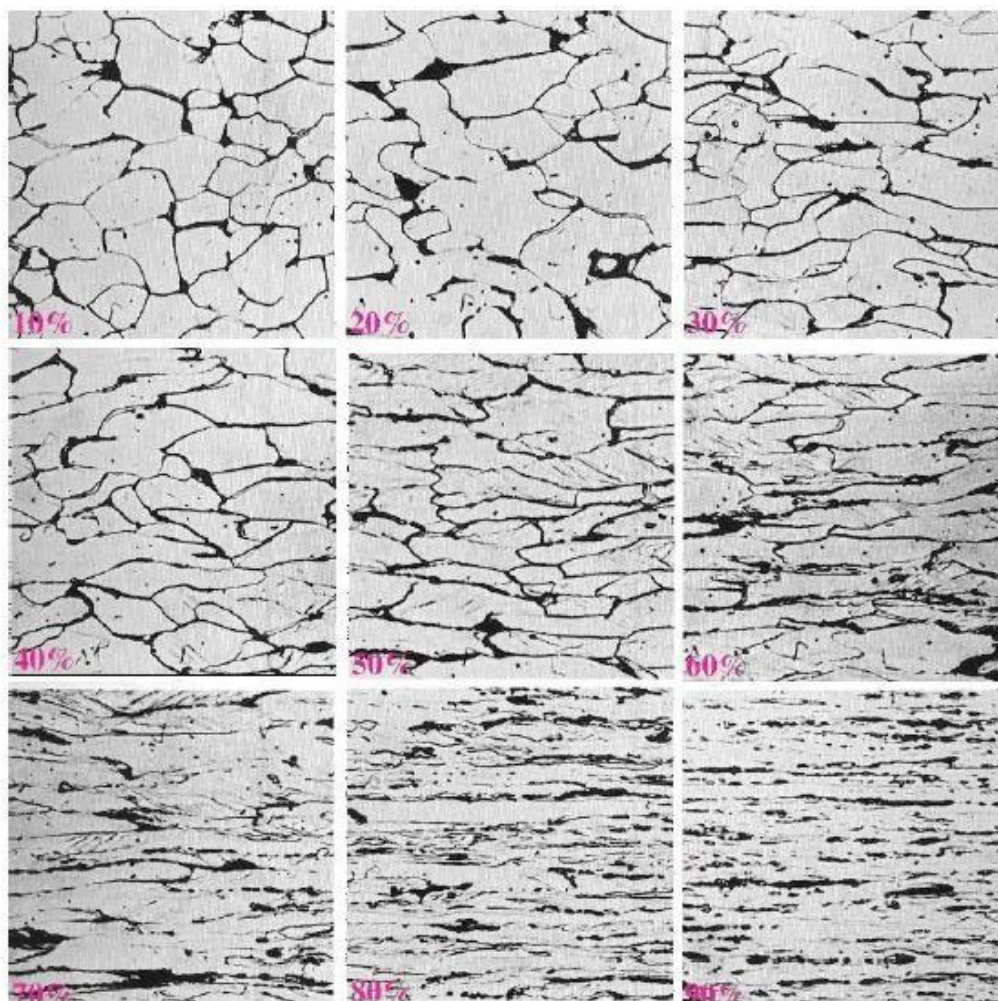
Tvárnenie za studena

$$T < (0,2-0,3) \cdot T_{\text{tav}}$$

Tvárnenie prebieha bez ohrevu, mierne zvýšená teplota je dôsledkom deformácie materiálu a trenia o nástroj.

Pri valcovaní alebo ťahaní za studena dochádza k splošteniu zŕn v smere hlavnej deformácie (**štruktúrna textúra - riadkovitosť**), obr. 7.1. Objem zrna sa však nemení. Pri tvárnení za studena dochádza vplyvom vyčerpávania plasticity a pretínania dislokácií k **spevňovaniu** kovu.

Spevňovanie kovu je zvýšenie pevnosti R_m a tvrdosti HV a súčasne zníženie plasticity a húževnatosti.

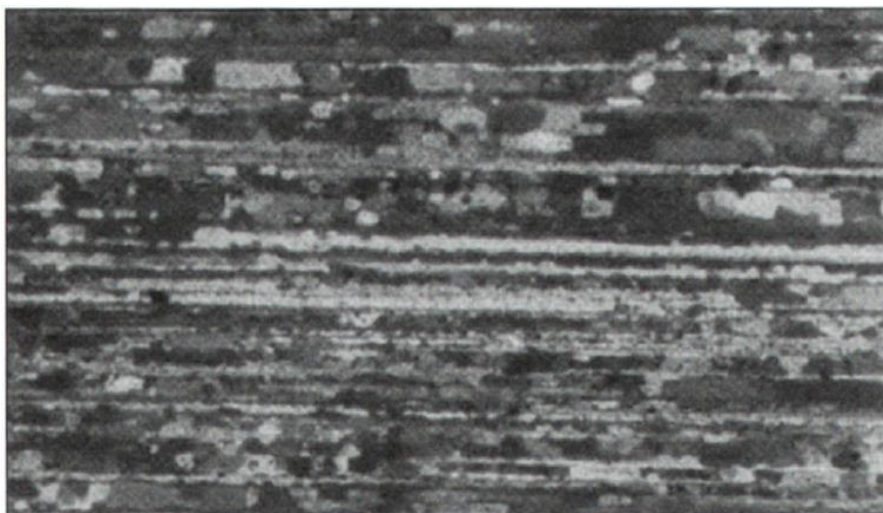


Obr.7.1 Zmena mikroštruktúry feritickej ocele pri valcovaní za studena pri rôznej veľkosti deformácie

Tvárnenie za poloohrevu

$$T = (0,3-0,6) \cdot T_{\text{tav}}$$

Miernym zvýšením teploty sa oproti tvárneniu za studena zlepši deformačná schopnosť materiálu, zníži sa pretvárnny odpor, dosiahnu sa špeciálne mechanické a fyzikálne vlastnosti, špecifická presnosť a kvalita povrchu, špecifická štruktúra – čiastočne rekryštalizovaná a čiastočne vláknitá, obr. 7.2.

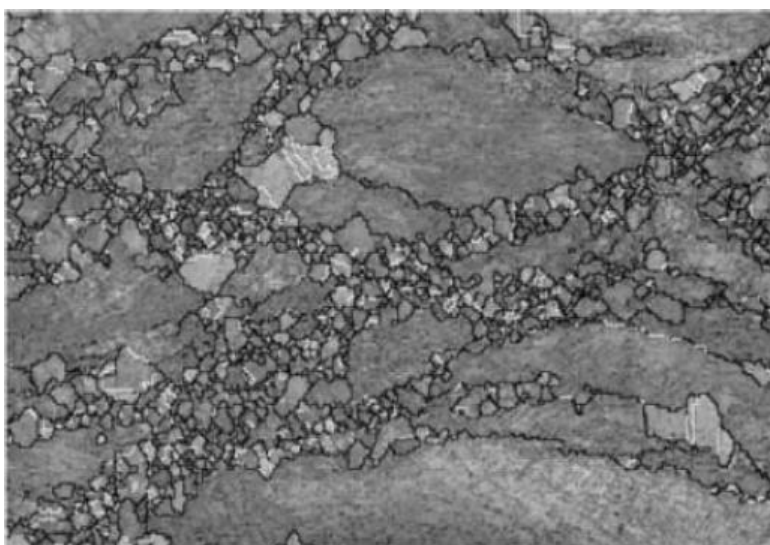


Obr.7.2 Čiastočne rekryštalizovaná štruktúra rúrky zo zliatiny AlZn6Mg2,5Cu2.
Vzniknuté zrno je jemné s veľkosťou 50-70μm

Tvárnenie za tepla

$$T > (0,6-0,7) \cdot T_{\text{tav}}$$

Keďže prebieha nad teplotami rekryštalizácie, dochádza k spevneniu, ktoré sa ale súčasne odstraňuje uzdravovacími procesmi, ktoré zahŕňujú nukleáciu a rast nových zŕn – **rekryštalizácia**. Pri rekryštalizácii dochádza k výraznému zjemneniu zrna, čo má priaznivý vplyv na tváriteľnosť kovu, obr. 7.3.



Obr.7.3 Prejav dynamickej rekryštalizácie. Zárodky nových (rekryštalizovaných) zŕn vznikajú na hranici pôvodného deformovaného zrna
Súhrnný vplyv tvárnenia za tepla a za studena na výsledné vlastnosti kovu uvádza Tab. 7.1.

Tab.7.1 Vplyv tvárnenia za tepla a za studena na výsledné vlastnosti kovu

Vlastnosť		Tvárnenie	
		Za studena	Za tepla
Rozmery		Najmenšia hrúbka takmer neobmedzená: Fólie $\geq 0,0015$ mm Drôty $\geq 0,005$ mm	Najmenšia hrúbka obmedzená teplotnými stratami: Pásy $\leq 0,8$ mm Drôty ≤ 5 mm
Rozmerová presnosť		vysoká	Nižšia následkom rozdielneho zmršťovania pri ochladzovaní z tvárniacej teploty
Kvalita povrchu		Lepšia v dôsledku použitia maziva	Horšia v dôsledku vzniku okovín a obmedzenému použitiu maziva
Prierez		Jednoduché tvary	Veľmi zložité tvary
Štruktúra	Tvar zrna	Výrazne pretiahnuté (deformované)	Polyedrické v dôsledku uzdravovacích procesov
	Veľkosť zrna	nezmenená	Závislá od veľkosti deformácie a tvárniacej teploty
	Textúra	Výrazne orientovaná	Takmer nebadateľná
Spevnenie		značné	Eliminované uzdravovacími procesmi
Vnútorne napätia		vysoké	Žiadne
Štruktúrne nezávislé vlastnosti: E, c, β		Mierne zmenené	Nezmenené
Štruktúrne závislé vlastnosti: R_m, R_e, A, Z, K_C		Značne zvýšené Značne znížené	Takmer nezmenené

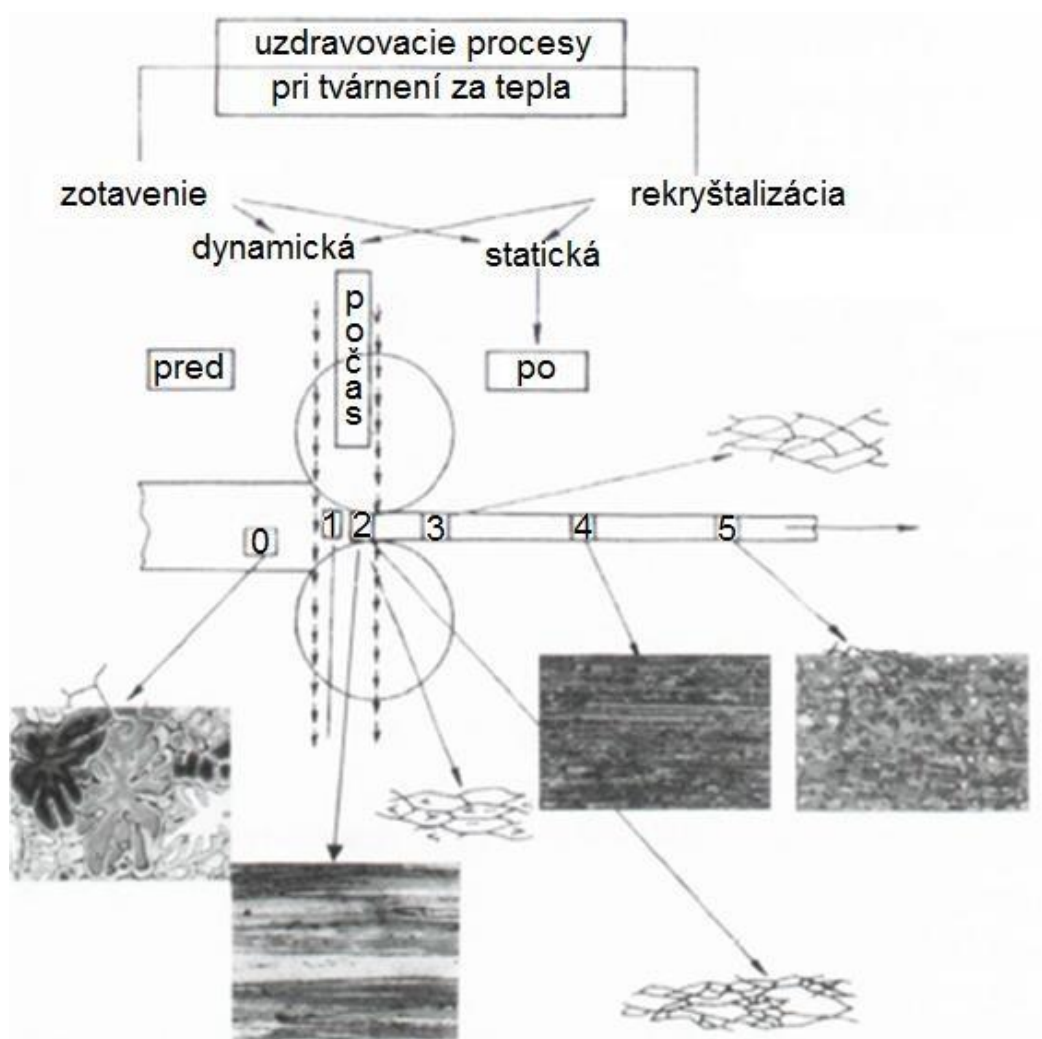
Keď je materiál vystavený príliš veľkej deformácii, začne sa brániť proti ďalšiemu spevňovaniu niektorým z uzdravovacích procesov.

Uzdravovacie procesy (obr. 7.4)

Dynamické - prebiehajú ešte počas tvárnenia pri teplote tvárnenia za tepla.

Statické - prebiehajú buď v pauze medzi úbermi pri tvárnení za tepla, alebo pri rekryštalizačnom žíhaní po tvárnení za studena

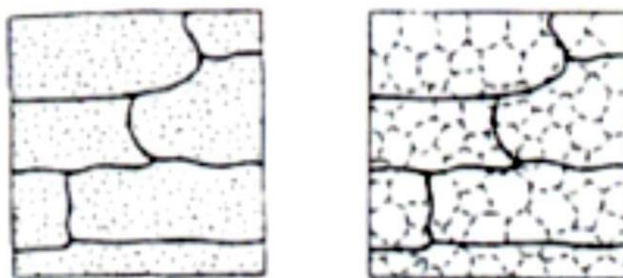
- dynamické – dynamické zotavenie a dynamická rekryštalizácia
- statické – statické zotavenie, statická rekryštalizácia.



Obr. 7.4 Uzdravovacie procesy pri tvárnení za tepla

Dynamické zotavenie (dynamic recovery)

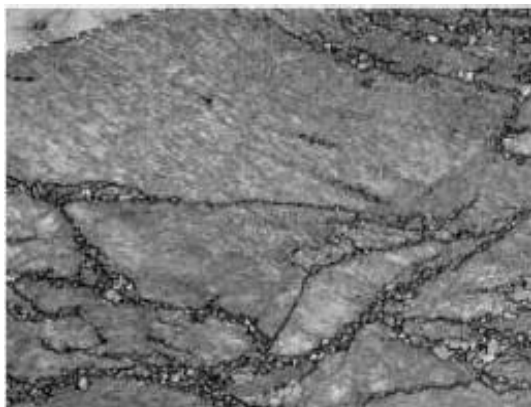
- vyznačuje sa premiestňovaním a čiastočnou anihiláciou dislokácií (anihilácia d. = zánikanie opačných dislokácií), čím sa zníži ich hustota a aj napätie nutné pre plastickú deformáciu. Nevznikajú nové zrná, deformovné hranice zrn ostávajú, v rámci nich sa však tvoria rovnoosé subzrná, obr. 7.5. Výsledkom je čiastočné odpevnenie.



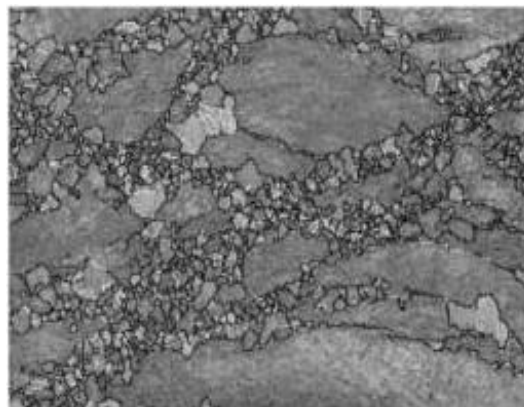
Obr. 7.5 Zrná polykryštalického materiálu s dislokáciami (vľavo), subzrná (v rámci pôvodných deformovaných zrn) vzniknuté preusporiadaním dislokácií (vpravo)

Dynamická rekryštalizácia (DRX)

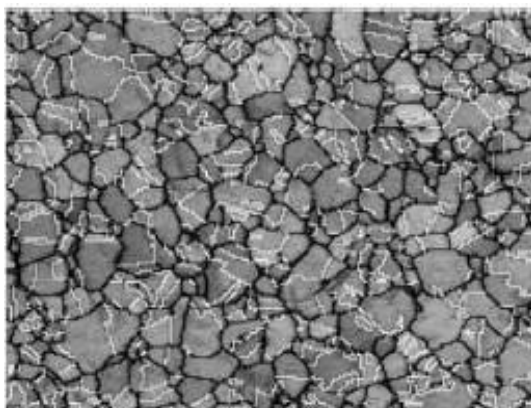
Pri dosiahnutí kritického stupňa deformácie začne proces nepretržitej nukleácie zárodkov prednostne na hraniciach pôvodných zŕn a ich obmedzeným rastom, obr. 7.6. Výsledkom je veľmi jemné zrnó a úplné odpevnenie. Tento dej prebieha počas tvárnenia za tepla, preto je kov pri tvárnení za tepla stále tvárny a nespevňuje sa.



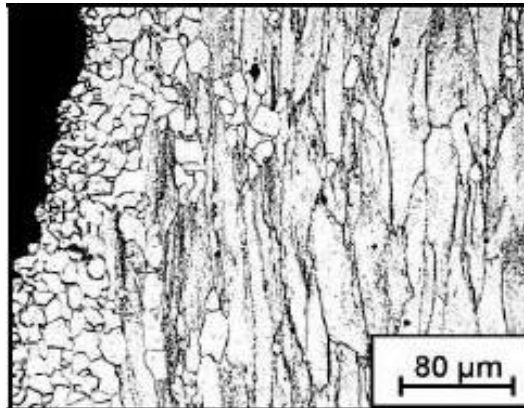
nukleácia zárodkov



rast zárodkov



výrazne jemnejšia štruktúra po DRX



nerovnomerný priebeh DRX na povrchu valcovaného pásu

Obr. 7.6 Zmeny v štruktúre počas dynamickej rekryštalizácie

Teplota rekryštalizácie – je pre každý kov iná, je to minimálna teplota, pri ktorej za určitý čas vzniknú z deformovaných zŕn nové zrná a tento rast prebehne v celom objeme materiálu.

Statická rekryštalizácia

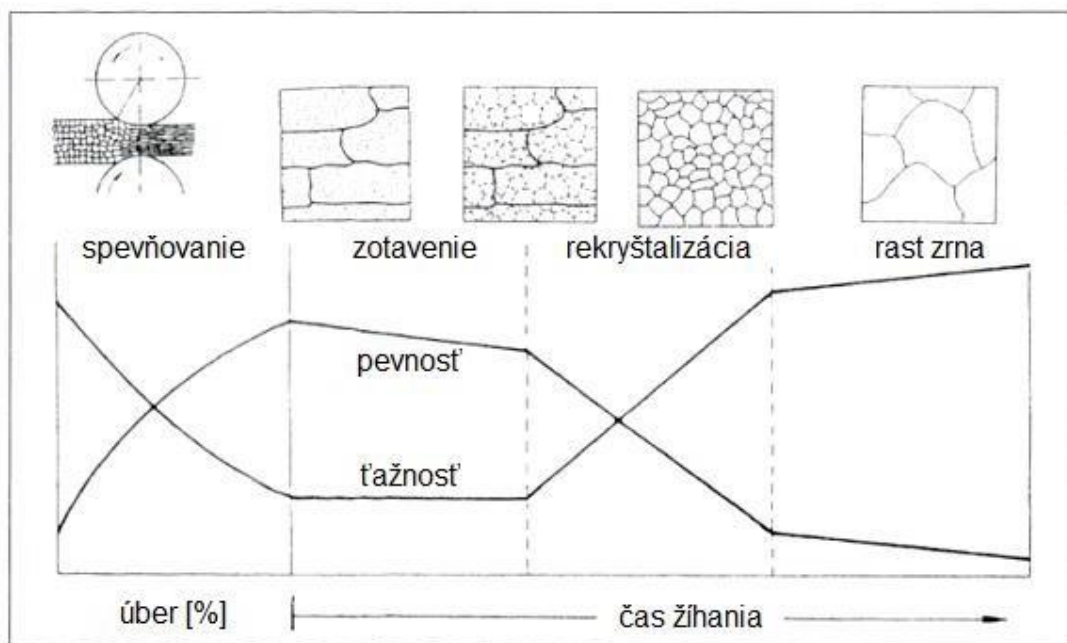
Realizuje sa najmä u materiálov spevnených tvárnením za studena. Materiál tvárnený za studena je pre vysokú koncentráciu dislokácií v nestabilnom stave. Do stabilného stavu sa môže vrátiť znížením počtu dislokácií a to dodaním tepelnej energie – ohrevom na rekryštalizačnú teplotu (= rekryštalizačné žíhanie).

Etapy rekryštalizačného žíhania (obr. 7.7):

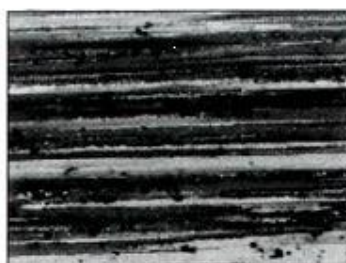
1. **zotavenie** – pri ohreve na teplotu rekryštalizácie zanikajú nadbytočné bodové a čiarové poruchy vnútri deformovaných oblastí anihiláciou

2. **primárna rekryštalizácia** – vznik nových rovnoosých pravidelných zŕn malých rozmerov v pôvodnej štruktúre deformovaného materiálu, čo je spojené s podstatným znížením hustoty dislokácií. Tento dej prebieha postupne, považujeme ho za statický.

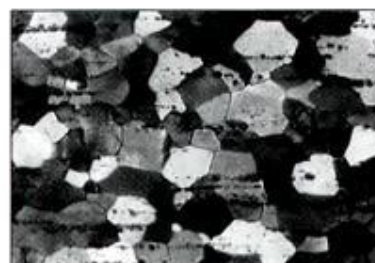
3. **sekundárna rekryštalizácia** – ak ohrev naďalej pokračuje, rast zŕn postupuje, väčšie zrná začnú rásť na úkor menších a dochádza k hrubnutiu zŕn v štruktúre. Zlepší sa tým síce ťažnosť, ale klesne pevnosť, čo by bolo prekážkou pre ďalšie tvárnenie za studena. Preto je prechod do tejto etapy **technologickou chybou**.



štruktúra odliatku pred tvárnením



deformačná textúra po tvárnení



štruktúra po rekryštalizačnom žíhaní

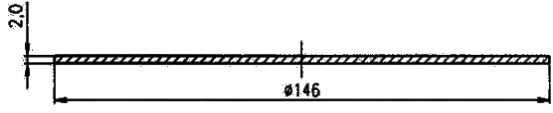
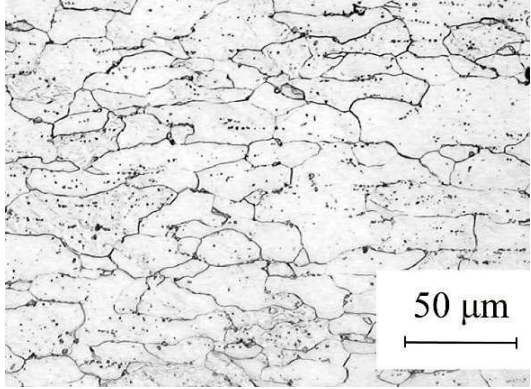
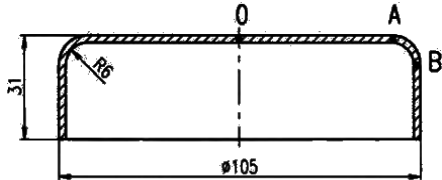
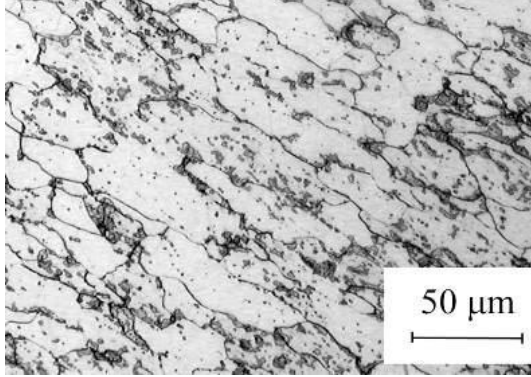
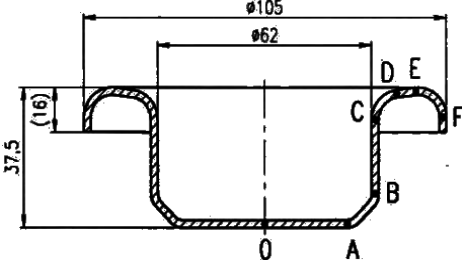
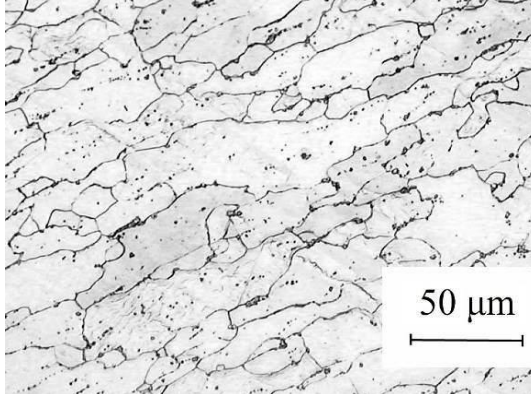
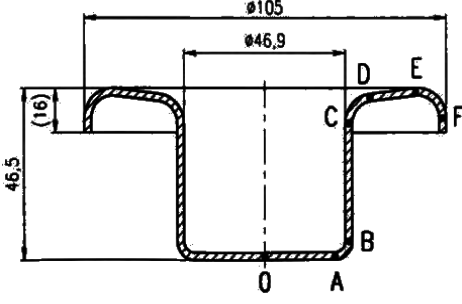
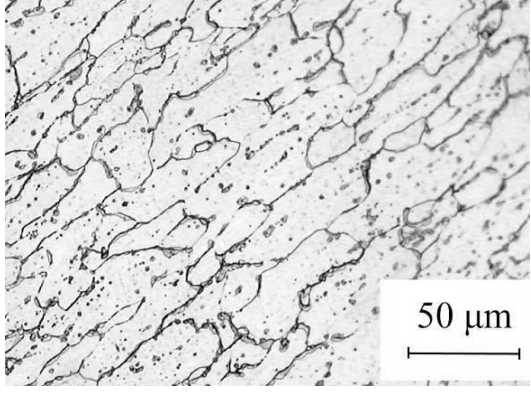
obr. 7.7 schéma spevňovania trvalou deformáciou za studena, zotavenie a rekryštalizácia

Úloha:

Vypočítajte deformáciu štruktúry po jednotlivých operáciách hlbokého ťahania:

Polotovár: oceľový plech z materiálu Kohal 240, hrúbka $a_0 = 2,0$ mm. Mikroštruktúra vo vybraných oblastiach výťažku je uvedená v Tab. 7.2. Výsledky merania dĺžky pôvodných a deformovaných zŕn kolmo na smer deformácie zapíšte do Tab. 7.3. Vypočítajte deformáciu štruktúry po jednotlivých ťahoch.

Tab. 7.2 Mikroštruktúra vo vybraných oblastiach výťazku

 <p>Polotovár</p>	
 <p>1. ťah – ťahanie s pridržiavačom</p>	
 <p>2. ťah – spätné ťahanie</p>	
 <p>3. ťah – zužovanie valcovej časti</p>	

Tab. 7.3 Zápis nameraných dĺžok zrn

Východisková štruktúra		Štruktúra po tvárnení	
Č. zrna	Dĺžka zrna kolmo na smer deformácie l_0 [mm]	Č. zrna	Dĺžka zrna kolmo na smer deformácie l_1 [mm]
1		1	
2		2	
3		3	
4		4	
5		5	
6		6	
7		7	
8		8	
9		9	
10		10	
priemer		priemer	

$$\text{Deformácia štruktúry} = (l_1 / l_0) - 1 \quad [\%]$$

LITERATÚRA

1. MICHEL, J.- HIDVÉGHY, J.- BURŠÁK, M.: Náuka o materiáli. Návody na cvičenia, Hutnícka fakulta TU Košice, 2000.
2. MARTINEC, Ľ.- ŠIMKOVIČ, M.: Náuka o materiáloch. STU Bratislava, 1997.
3. ČECH, J.- GRUTKOVÁ, J.- KURIAN, J.- RODZIŇÁKOVÁ, O.: Náuka o kovoch. Návody na cvičenia, ALFA Bratislava, 1981.
4. LUKÁČ, I.: Vlastnosti a štruktúra nežeľzných kovov. ALFA Bratislava, 1981.
5. GRUTKOVÁ, J.: Vlastnosti a štruktúra nežeľzných kovov. Návody na cvičenia. ALFA Bratislava, 1980.
6. RODZIŇÁKOVÁ, O.- GRUTKOVÁ, J.-MIŠIČKO, R.: Náuka o kovoch. Návody na cvičenia, ALFA Bratislava, 1987.
7. GRUTKOVÁ, J.- RODZIŇÁKOVÁ, O.: Metalografické praktiká. ALFA Bratislava, 1973.
8. TOMÁŠ, M.: Príspevok k štúdiu procesov plastického pretvorenia pri ťahaní zložitých rotačne symetrických tvarov výťazkov. Dizertačná práca, TU Košice, 2000.
9. DORAZIL, E.: Nauka o materiálu I, edice VUT Brno, 1979, Brno
9. HABRAKEN, L. – DE BROUWER, J.-L.: De Ferri Metallographia I. Presses Academiques Europeennes, Bruxelles, 1966
10. POKORNY A. – POKORNY J.: De Ferri Metallographia III. Berger – Levrault, Paris, 1967
11. LAMBERT, N. – GREDAY, T. – HABRAKEN, L.: De Ferri Metallographia IV. Verlag Stahleisen M. B. H., Dusseldorf, 1983
12. PACAL, B.: Nauka o materiálu II – návody do cvičení. SNTL, Praha 1984
13. PTÁČEK, L. – JUST, D. – ŠVEJCAR, J.: Fyzika kovů. VUT Brno, 1986
14. PUŠKÁR, A. - MICHEL, J. et all.: Náuka o materiáli I. ALFA Bratislava, 1981.
15. ČECH, J. - GRUTKOVÁ, J. - KURIAN, J. - RODZIŇÁKOVÁ, O.: Náuka o kovoch, Návody na cvičenia. ALFA Bratislava, 1981.
16. MICHEL, J. – BURŠÁK, M.: Náuka o materiáli. TU v Košiciach, 2008. ISBN 978-80-8073-951-5.
17. PTÁČEK, L. et all.: Náuka o materiálu I. Akademické nakladatelství CERM, Brno, 2003. ISBN 80-7204-283-1.
18. MIHÁLIKOVÁ, M. – BURŠÁK, M. – MIŠIČKO, R.: Náuka o materiáli, Návody na cvičenia. Technická univerzita v Košiciach, HF, 2004, ISBN 80-8073-158-6.
19. SKOČOVSKÝ, P. – BOKŮVKA, O. – KONEČNÁ, R. – TILLOVÁ, E.: Náuka o materiáli pre odbory strojnícke. Žilinská univerzita v Žiline, 2001, ISBN 80-7100- 831-1.
20. MICHEL, J. – HIDVÉGHY, J. – BURŠÁK, M.: Náuka o materiáli, Návody na cvičenia. Technická univerzita v Košiciach, 2000, ISBN 80-7099-529-7.
21. BOKŮVKA, O. et al.: Návody na cvičenia a nauky o materiáli I., Žilinská univerzita, 1999, ISBN 80-7100-662-9.
22. VELES, P.: Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov. ALFA Bratislava, 1985.
23. ZRNÍK, J. a kol.: Náuka o materiáloch, korózia. TU Košice, 2000. 56 s. ISBN 80-7099-544-0.
24. KONEČNÁ, R. – TILLOVÁ, E.: Náuka o materiáli II, Návody na cvičenia – referáty, Žilinská univerzita, 2000, ISBN 80-7100-756-0.
25. MOORE, W. J.: Fyzikální chemie. SNTL, Praha 1979.
26. MARTINEC, Ľ. - ŠIMKOVIČ, M.: Náuka o materiáloch. STU Bratislava, 1997.
27. GULIAJEV, A.P.: Metallovedenie. Metallurgija, 1986.
28. ANDERSON, J. C. et al.: Materials Science, Stanley Thornes, United Kingdom, 1998.

29. DOWLING, N.: Mechanical Behavior of Materials. Prentice-Hall. USA, 1993.
30. SKOČOVSKÝ, P. – PALČEK, P. – KONEČNÁ, R. – VÁRKOLY, L.: Konštrukčné materiály. Žilinská univerzita v Žiline, 2000, ISBN 80-7100-608-4.
31. PLUHAR, J. a kol.: Nauka o materiáloch. SNTL/ALFA, Praha, 1989.
32. RODZIŇÁKOVÁ, O. - GRUTKOVÁ, J. - MIŠIČKO, R.: Náuka o kovoch, Návody na cvičenia, ALFA Bratislava, 1987.
33. GRUTKOVÁ, J. - RODZIŇÁKOVÁ, O.: Metalografické praktiká. ALFA Bratislava, 1973.
34. PULC, V. - HRNČIAR, V. - GONDÁR, E.: Náuka o materiáli, 2. vyd., STU Bratislava, 2008, ISBN 978-80-227-2847-8.
35. KOUTSKÝ, J.: Slitinové oceli pro energetické strojírenství. SNTL Praha, 1981.
36. PTÁČEK, L. et al.: Náuka o materiálu II. Akademické nakladatelství CERM, Brno, 2003, ISBN 80-7204-283-3.
37. SKOČOVSKÝ, P. – ŠIMAN, I.: Štruktúrna analýza liatin. ALFA Bratislava, ISBN 80-05-00092-8.
38. PULC, V. - HRNČIAR, V. - GONDÁR, E.: Grafické liatiny. STU Bratislava, 2008.
39. ZÁBAVNÍK, V. – BURŠÁK, M.: Materiál, Tepelné spracovanie, Kontrola kvality. Technická univerzita v Košiciach, HF, 2004, ISBN 80-8073-159-4.
40. ZÁBAVNÍK, V. - BURŠÁK, M.: Zošľachtovanie a kontrola kvality materiálov. TU Košice, 2004, ISBN80-8073-071-7.
41. ZÁBAVNÍK, V.: Tepelné spracovanie kovov. VŠT Košice, 1975.
42. ZÁBAVNÍK, V. – BURŠÁK, M.: Materiál, tepelné spracovanie, kontrola kvality 1. dopl. vyd., TU Košice, 2009. ISBN 978-80-553-0139-6.
43. HLUCHÝ, M. - MODRÁČEK, O. – PAŇÁK, R.: Strojírenská technologie 1.2. díl, Metalografie a tepelné zpracování, 3. vyd., Praha, Scientia, 2002, ISBN 80-7183-265- 0.
44. Koroze. [online] [cit. 15-12-01]. Dostupné na internete: <http://www1.fs.cvut.cz/cz/u218/pedagog/predmety/1rocnik/chemie1r/prednes/Ch_predn13-Ko.pdf>
45. K. SMÓLING: Tepelné a chemicko-tepelné spracovanie v príkladoch. Alfa, Bratislava, 1988.
46. JECH, J.: Tepelné zpracování ocelí. Metalografická příručka, SNTL, Praha 1933.
47. GRUTKOVÁ, J.: Vlastnosti a štruktúra nežeľzných kovov, Návody na cvičenia. ALFA Bratislava, 1980.
48. IŽDINSKÁ, Z. – SEJČ, P. – ŠVEC, P.: Náuka o materiáli II, Návody na cvičenia. STU v Bratislave, 1998, ISBN 80-227-1050-4.
49. SKOČOVSKÝ, P. – VAŠKO, A.: Materiály a technológia. Žilinská univerzita v Žiline, 2004, ISBN 80-7100-831-1.
50. CAHN, R.W. - HAASEN, P.: Physical Metallurgy. Metallurgija, 1987.
51. SKOČOVSKÝ, P.: Nové konštrukčné materiály, Vybrané kapitoly. Žilinská univerzita, 1995, ISBN 80-7100-264-X.
52. SEDLÁČEK, V.: Povrchy a povlaky kovů. Praha, ČVUT, 1992.
53. KOCICH, J. - TULEJA, S.: Korózia a ochrana kovov, HF TU Košice, 1998.
54. KOCICH, J.: Povrchová ochrana ocelí. ELFA, Košice, 1984.
55. BARTONÍČEK, R. et al.: Koroze a protikorozi ochrana kovů, Academia, Praha, 1966.
56. NOVÁK, P.: Druhy koroze kovů. KOM 49, 4, 2005, s. 75.
57. TULEJA, S.: Korózia a ochrana kovov. Návody na cvičenia. ALFA Bratislava, 1980.
58. ČÍHAL, V.: Mezikrystalová koroze ocelí a slitin, Academia Praha, 1984.
59. HRIVŇÁK, I.: Úžitkové vlastnosti a voľba materiálu. STU Bratislava, 1999, 186 s.