

Analýza vad hliníkových odlitků pomocí stereomikroskopu Olympus SZ61

Úvod

Cílem metalografie je získání co nejvíce informací o struktuře daného materiálu, o vlivu procesů, které na materiál během výroby působí a mohly změnit charakter struktury. Dále se zjišťují informace o jednotlivých mikrolokalitych vnitřní struktury materiálu nebo o jeho metalurgické čistotě. [1]

Analýza pomocí stereomikroskopu se řadí do skupiny *Optická metalografie – makroskopie*. Pomocí této metody můžeme u hliníkových slitin získat informace o makroskopických vadách mezi které patří velké vměsky, nerozpuštěné částice předslitin, dutiny, staženiny, řediny, porezita, porézní oblasti, trhliny, praskliny, necelistvosti, vady technologie (sváry, hrubozrnné vrstvy, naplátování), hrubé chemické a strukturální nehomogenity, povrchové vrstvy a hloubka povrchových vrstev, deformované oblasti. [1]

Stereomikroskop Olympus SZ61 patří mezi mikroskopy s velkou hloubkou ostrosti, vynikající rovinou obrazu a reálnými barvami. K mikroskopu je možné připojit i digitální fotoaparát nebo kameru, která umožňuje pořizovat snímky v reálném čase a společně s příslušným softwarem umožňuje také jejich hodnocení. Stereomikroskop nabízí rozsah zvětšení 0,67–4,5×.

Stereomikroskop je vybaven optickým systémem Greenough. Tento optický systém je založen na dvou samostatných optických drahách se dvěma samostatnými okuláry i objektivy. V každém z okulárů pozorujeme obraz daného vzorku pod mírným úhlem z dané strany, viz obr. 1. Obrazy v okulárech jsou tedy ve skutečnosti mírně posunuté, lidský mozek ale z těchto dvou obrazů dokáže vytvořit obraz prostorový – proto název stereomikroskop. [2]



Obr. 1: Stereomikroskop SZ61 s nákresem optického systému Greenough [2]

Vady hliníkových odlitků

Při odlévání hliníkových slitin může vzniknout několik druhů vad, které můžeme rozdělit do následujících tříd:

- Vady tvaru rozměru a hmotnosti
- Vady povrchu

- Porušení souvislosti
- Dutiny
- Makroskopické vměstky a vady makrostruktury
- Vady chemického složení a vlastností odlitků

Pro naše účely si zde uvedeme pouze pár nejčastějších vad, které můžeme v hliníkových odlitcích pozorovat pomocí stereomikroskopu, jedná se o vady třídy *Dutiny*.

- *Bubliny způsobené vodíkem* – „kulaté dutiny ve stěně odlitku s hladkým povrchem“
- *Vnitřní uzavřené staženiny* – „vnitřní dutina nepravidelného tvaru s drsným nebo hrubě krystalickým povrchem vzniklá objemovými změnami při tuhnutí odlitku“
- *Otevřené staženiny* – „dutiny nepravidelného tvaru s drsným nebo hrubě krystalickým povrchem vyústující na povrch“
- *Řediny* – „shluk drobných dutin nepravidelného tvaru způsobených objemovými změnami při tuhnutí odlitku“

Při určování vad hliníkových odlitků je vhodné využít *Katalog vad odlitků – hliník*. [3]

Příprava metalografického vzorku

- K tomu, abychom mohli studovat vady hliníkových odlitků, je třeba si nejprve metalografický vzorek k pozorování připravit

Řezání

- Při přípravě metalografického vzorku musíme vždy vědět, co a v jakém místě chceme pozorovat, od toho se poté odvíjí následná příprava
- Před samotným řezáním je třeba si vybrat správný kotouč – na neželezné kovy



Obr. 2: Kotouč pro dělení neželezných kovů

- V první fázi přípravy použijeme metalografickou pilu a provedeme řez vzorku tak, abychom získali plochu, která nás ve vzorku zajímá



Obr. 3: Metalografická pila AbrasiMet 250

Zapouzdření

- Podle velikosti daného vzorku poté volíme, zda dojde k ručnímu leštění či k jeho zalití/zalisování
- Je-li vzorek dostatečně malý, je vhodné zvolit jednu z metod zapouzdření
- Zapouzdření vzorku do hmoty se provádí z toho důvodu, že vzorky dostanou uniformní velikost a je poté možné je uchytit do držáku poloautomatické brusky/leštičky.



Obr. 4: Příklady zapouzdřených vzorků (průměr 3 a 4 cm)

- Zalévání je první z metod zapouzdření vzorku
 - Je vhodnější pro tenkostěnné vzorky, které by se mohly při lisování deformovat kvůli vysokému tlaku, který je v lisu na vzorek vyvíjen
 - Dále je zalévání výhodnější, pokud máme velké množství vzorků, protože si můžeme připravit více zalévací hmoty a zalít velké množství vzorků zároveň, což může činit velkou časovou úsporu
 - Při zalévání máme na výběr z kulatých forem dvou průměrů 3 a 4 cm podle velikosti vzorku
 - Nevýhodou zalévací metody je fakt, že pokud máme tvarově složitý vzorek, zalévací hmota o vysoké viskozitě se nemusí dostat úplně všude, další nevýhodou je, že zalévací hmota nepřiléhá ke vzorku tak dobře jako hmota na lisování



Obr. 5: Modrá zalévací hmota VariDur, tuhne na vzduchu (vlevo); průhledná zalévací hmota VariKleer, tuhne v tlakovém (polymeračním) hrnci (vpravo) s formami o průměru 3 a 4 cm

- Lisování je druhou z metod zapouzdření vzorku
 - Tato metoda se hodí pro tlustostěnné vzorky, kterým neublíží tlak vyvíjený v lisu



Obr. 6: Lis pro zapouzdření metalografických vzorků SimpliMet 3000

- Nevýhodou metody je časová náročnost, metoda je tedy vhodná, pokud máme menší množství vzorků, protože je možné připravovat maximálně dva vzorky najednou
- Naopak výhodou je, že díky vysokému tlaku se zapouzdřovací hmota lépe dostane do všech míst a lépe přiléhá ke stěnám vzorku



Obr. 7: Zalisovávácí hmota PhenoCure (černá) a uvolňovací činidlo proti přilepení hmoty ke stěně lisovací komory Realease Agent (vlevo)





Broušení a leštění

- Pro pozorování pod mikroskopem je třeba vzorek dokonale vyleštit, je nutné, aby bylo dosaženo skutečné struktury bez artefaktů a deformací, které by byly vneseny vlastní přípravou
- Jedná se o nejnáročnější krok přípravy metalografických vzorků
- Broušení a leštění se uskutečňuje na metalografické brusce/leštičce za použití brusných papírů různé hrubosti a textilních podložek spolu s diamantovými suspenzemi nebo oxidickými lešticími prostředky



Obr. 8: Poloautomatická bruska/leštička MetaServ 250

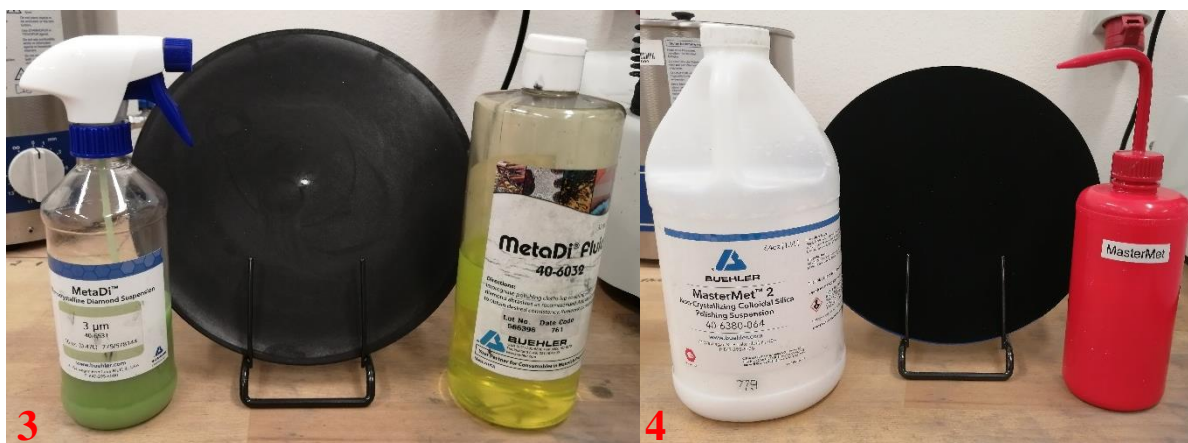
- Každý spotřební materiál má svůj obchodní název, podle kterého je rozlišován
- Pro každý materiál existuje různý postup broušení a leštění vzorku
- V tomto případě se zaměřujeme na hliníkové materiály, proto si uvedeme postup přípravy určený pro hliník

Sectioning	Abrasive Cutter with a wheel recommended for use on non-ferrous materials				
Mounting	Compression or Castable, typically with PhenoCure, EpoxiCure, EpoThin or SamplKwick				
Surface	Abrasive / Size	Load - lbs [N] / Specimen	Base Speed [rpm]	Relative Rotation	Time [min:sec]
CarbiMet	320 [P400] grit SiC water cooled	5 [22]	300		Until Plane
UltraPad	9µm MetaDi Supreme Diamond*	5 [22]	150		5:00
TriDent	3µm MetaDi Supreme Diamond*	5 [22]	150		4:00
ChemoMet	0.02 - 0.06µm Master- Met Colloidal Silica	5 [22]	150		1:30

Obr. 9: Postup přípravy hliníkového metalografického vzorku [4]



Obr. 10: Krok 1: Brusný papír P400; krok 2: textilní podložka UltraPad, diamantová suspenze MetaDi 9 µm, smáčedlo MetaDi Fluid



Obr. 11: Krok 3: textilní podložka TriDent, diamantová suspenze MetaDi 3 µm, smáčedlo MetaDi Fluid; krok 4: textilní podložka ChemoMet, suspenze MasterMet (koloidní sílika)

Čištění vzorku

- Čištění vzorků v průběhu broušení a leštění
 - Ultrazvuk a oplachování
 - Oplachování vzorků a držáku vodou a vatovým tamponkem k odstranění nadbytku brusiva a třísek vzorku
 - K odstranění nepřístupného brusiva a třísek z pórů a trhlin vzorku nebo z dutin v zalévací hmotě je třeba použít ultrazvuk a čisticí roztok (mýdlo, jar)
 - K odstranění čisticího prostředku (mýdlo, jar) je doporučeno opláchnutí vodou z kohoutku
 - Vysušení vzduchem po každém kroku je doporučeno, ale ne vždy vyžadováno



Obr. 12: Ultrazvuková lázeň

- Finální čištění
 - Nejdůležitější krok před pozorováním vzorku
 - Tento krok je náročný hlavně kvůli tomu, že brusiva, která se používají v posledním kroku leštění, mají tendenci krystalizovat nebo se hromadit na povrchu vzorku
 - Finální čištění by mělo být provedeno bezprostředně po nebo na konci posledního kroku leštění
 - Při používání velmi jemných brusiv jako je alumina nebo koloidní silika je vhodné ke konci leštění (10–15 s) vymývat destilovanou nebo deionizovanou vodou (případně vodou z kohoutku), aby se odstranily nečistoty jak ze vzorku, tak z podložky
 - Pro těžko vyčistitelné vzorky je k vyčištění možné použít vatový tamponěk namočený do etanolu
- Sušení
 - Po čištění je doporučeno použít ultrazvuk a vzorky namočit nebo polít etanolem – etanol nahradí vodu a sušení je tím pádem efektivnější
 - Sušení probíhá buď stlačeným vzduchem, fénem nebo v sušárně (v našem případě využijeme vždy fén)



Obr. 13: Ethanol a fén k sušení vzorků

Tab. 1: Problémy při čištění a sušení vzorků a jejich řešení [5]

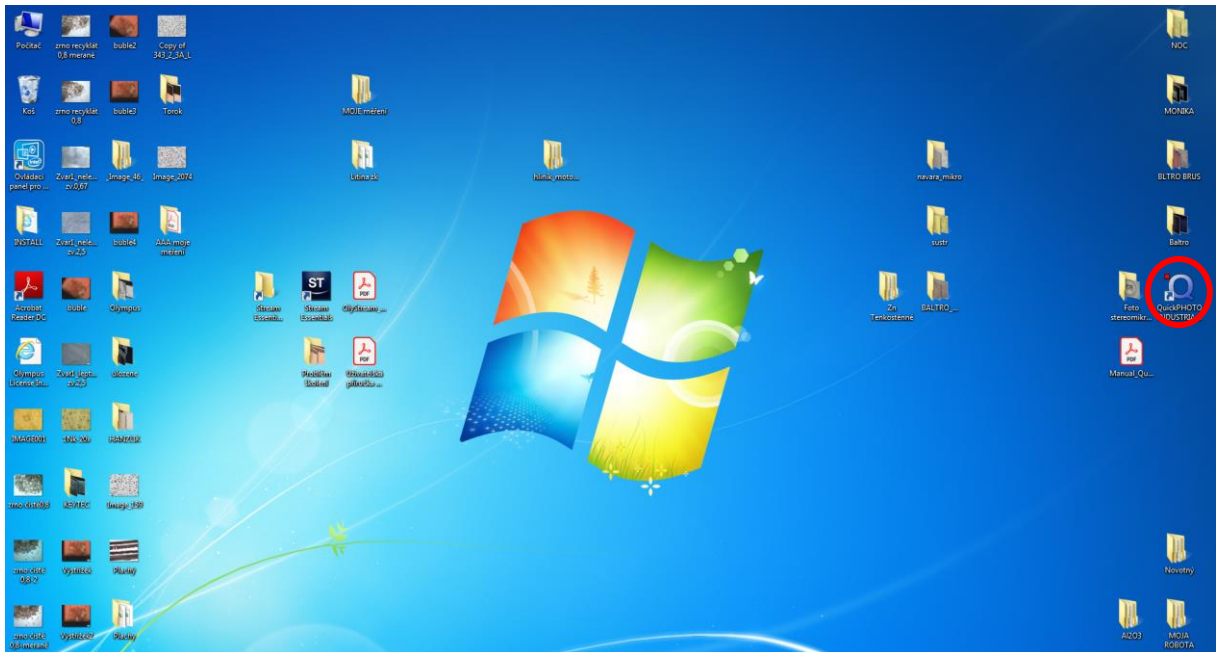
Problém	Příčina	Řešení
Povrch vzorku má na sobě tenký matný film	Vzorek je pokryt částicemi aluminy	Lehce otřít částice vatovým tamponkem a alkoholem
Na povrchu vzorku jsou krystalické zbytky	Vykrytalizovaná koloidní silika	Zopakovat poslední krok leštění a
Skvrny na vzorku od vody	Oplachování tvrdou vodou	Lehce přešetřit a opláchnout D.I. vodou s následným oplachem alkoholem a vysušením stlačeným vzduchem
Díry ve vzorku po oplachu vodou	Koroze ve vodě rozpustných fází	Očištění organickým rozpouštědlem jako je alkohol
Nemožnost kompletního vysušení vzorku	Voda prosakuje ven z prasklin nebo pórů ve vzorku nebo zalévací hmotě	Ponořit do alkoholového inhibitoru koroze. Korozní inhibitory tvoří ochranný organický povlak na povrchu a alkohol umožňuje kapalině se odpařit rychleji z povrchu vzorku

Spuštění a příprava přístroje

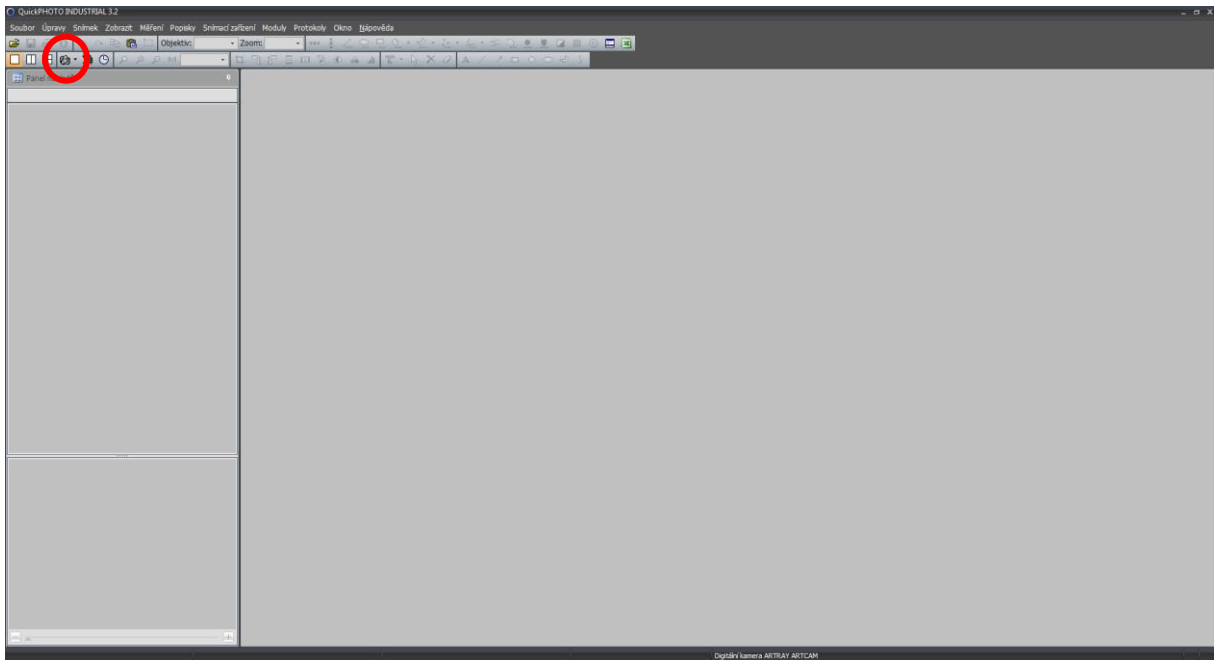
- Zapněte PC s vyhodnocovacím SW
- Stereomikroskop nemá vypínač, je třeba pouze zapnout prodlužovací kabel, do kterého je připojen zdroj světla



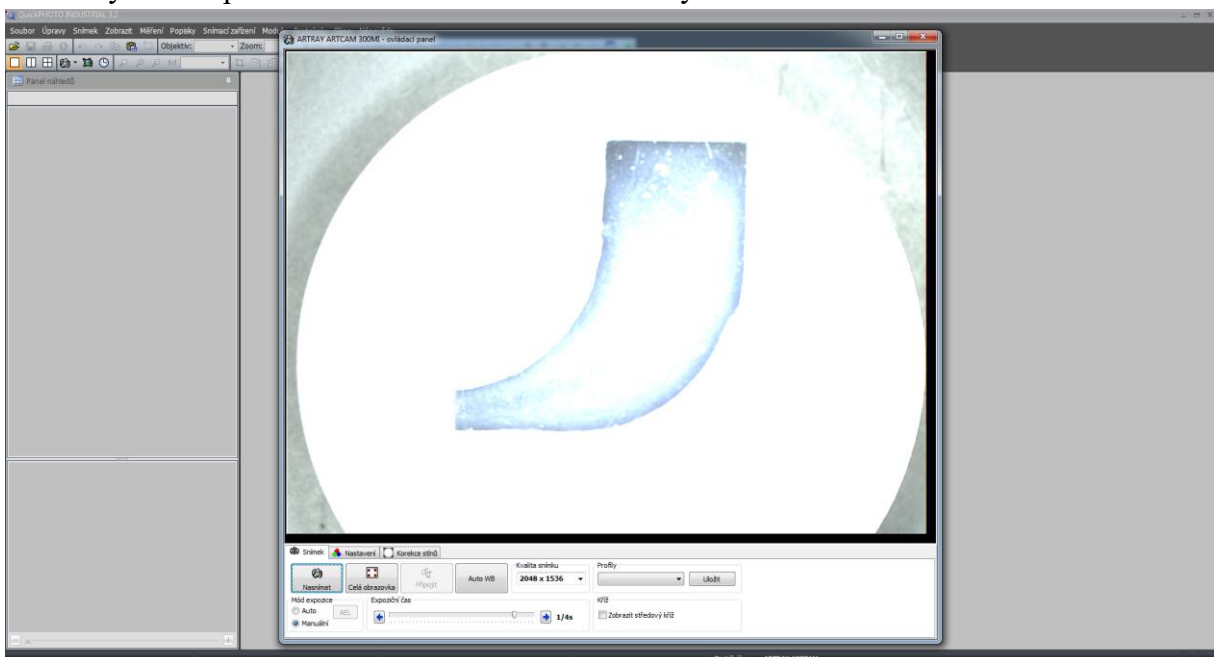
- Poté z plochy počítače spustíme software QuickPHOTO INDUSTRIAL



- Po spuštění softwaru se objeví šedá plocha



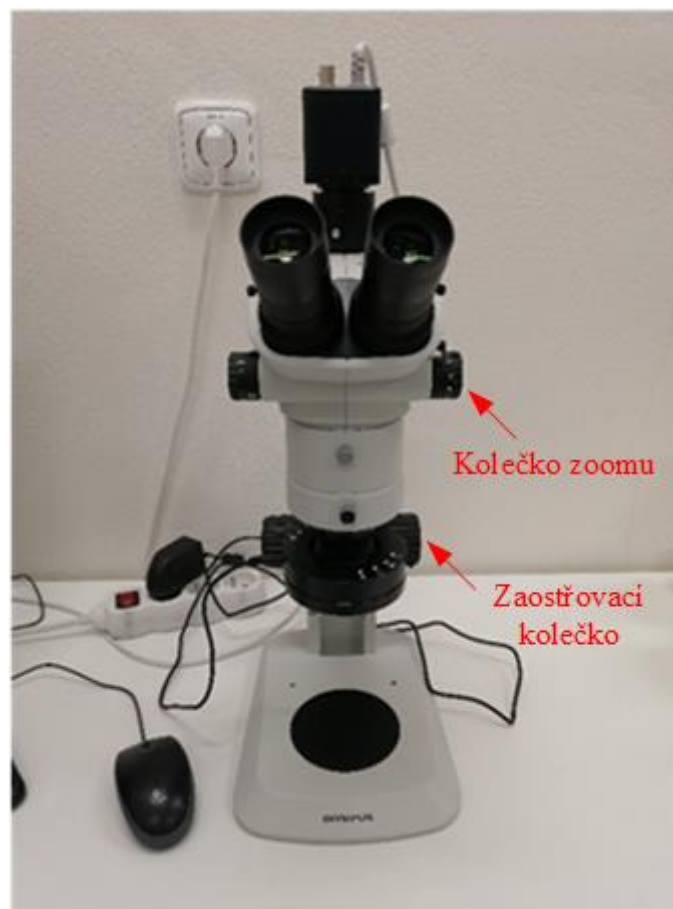
- Živý obraz spustíme kliknutím na ikonku kamery v levém horním rohu



- Při zapnutí světelného zdroje dojde k rozsvícení diod po celém jeho obvodu, proto je třeba následně nasvícení vzorku upravit pomocí tlačítek na světelném zdroji
- Světelný zdroj nám umožňuje rozsvícení diod po celém obvodu/polovině obvodu/čtvrtině obvodu (1), posouvání svítící polovinou/čtvrtinou obvodu (2), zvyšování intenzity světla (3) a snižování intenzity světla (4)

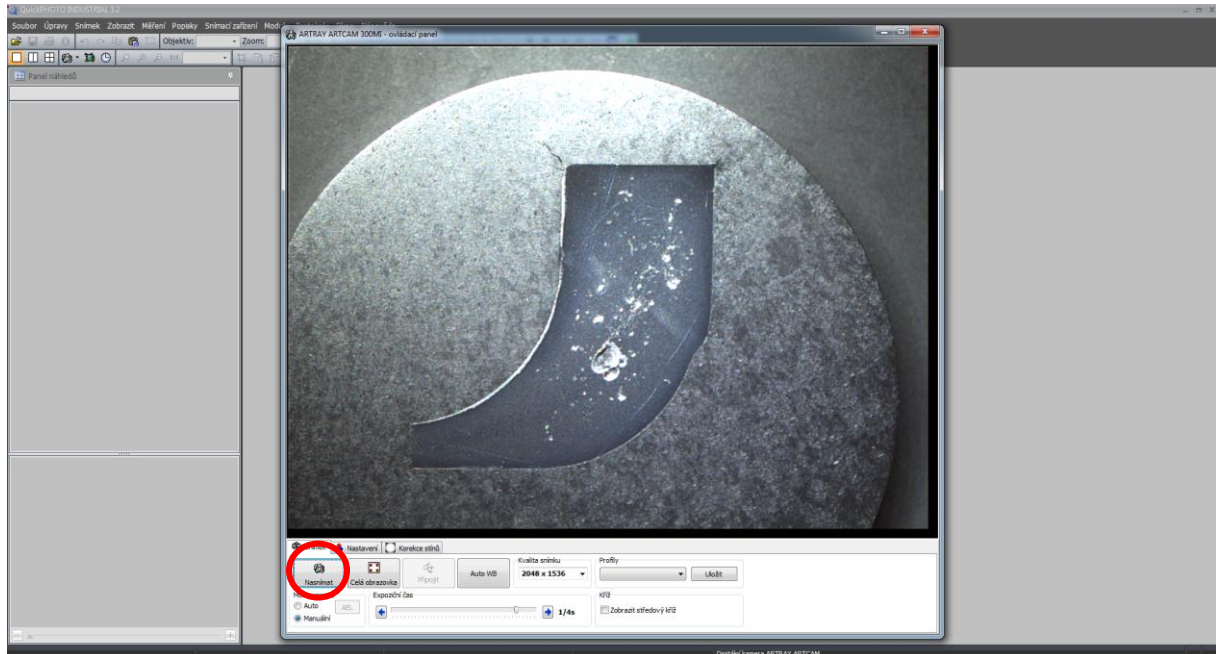


- Zkoušením různých kombinací nasvícení dosáhneme požadovaného nasvícení vzorku, kdy na vzorku dobře uvidíme vše potřebné
- Kromě nastavení osvětlení je třeba vzorek i správně přiblížit a zaostřit, to se provádí dvěma kolečky – kolečkem zoomu a zaostřovací kolečkem

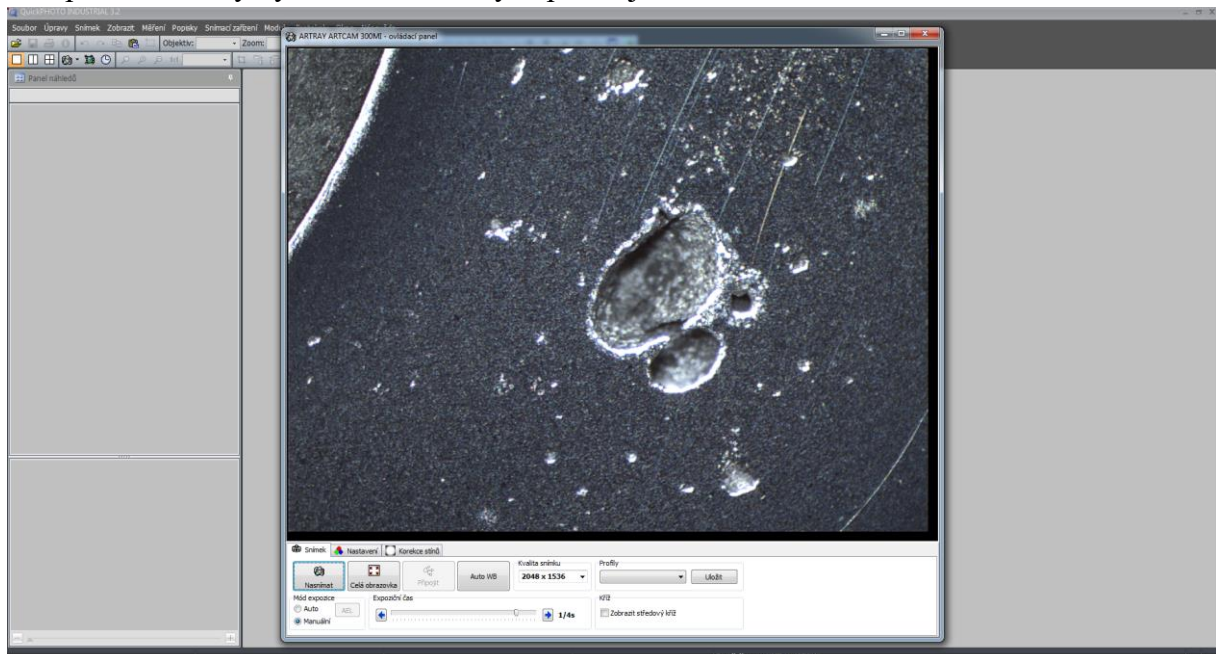


Analýza vad hliníkového odlitku

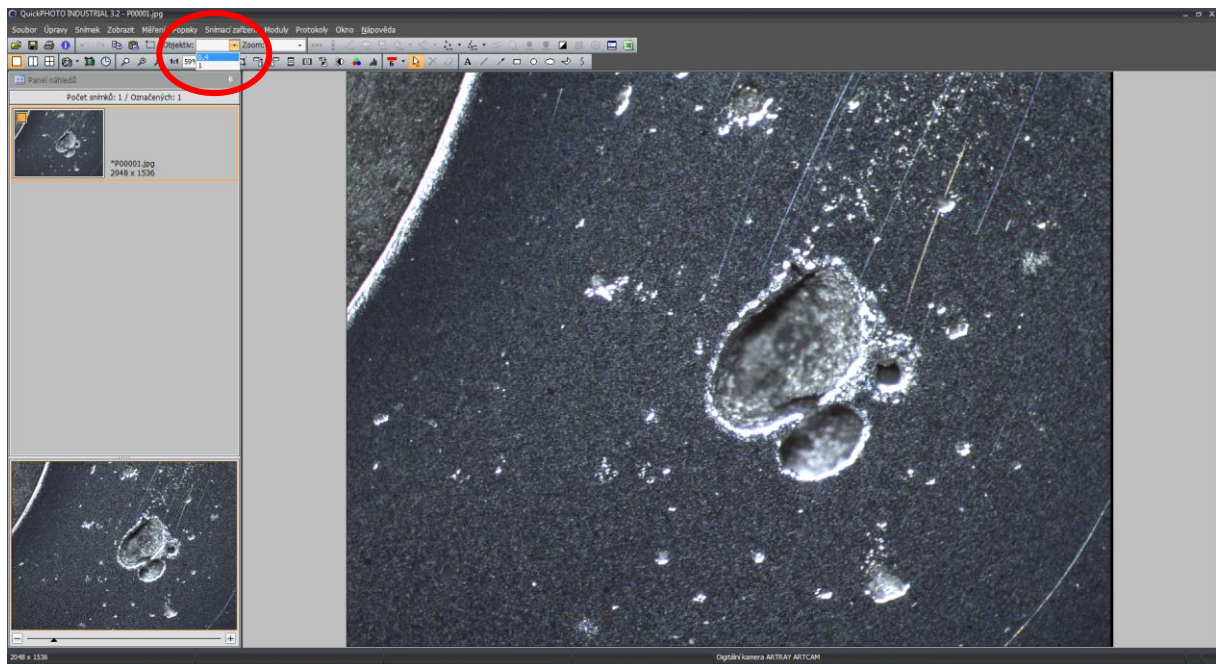
- Po předchozích úpravách osvětlení a zaostření vzorku bychom měli dosáhnout následujícího výsledku. Přiblížení je v tomto případě nastaveno na nejmenší možné, tzn. 0,67, a můžeme pořídit snímek celého vzorku
- Snímek pořídíme kliknutím na *Nasnímat*



- Pro analýzu vad odlitku je ale vhodné pořídit detailnější snímek vady, zvolíme tedy větší přiblížení, aby byla následná analýza přesnější



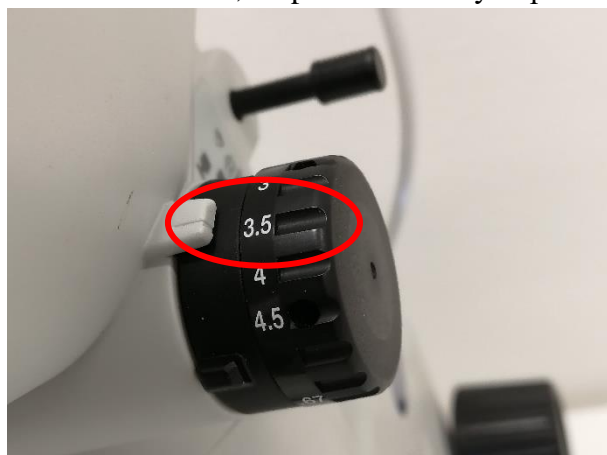
- Na snímku nyní vidíme detailnější záběr dutiny, která je předmětem našeho zájmu
- Po pořízení snímku dutiny, se kterým budeme dále pracovat, je třeba přidat do snímku měřítko
- Měřítka se zobrazí po vyplnění dvou kolonek *Objektiv* a *Zoom*

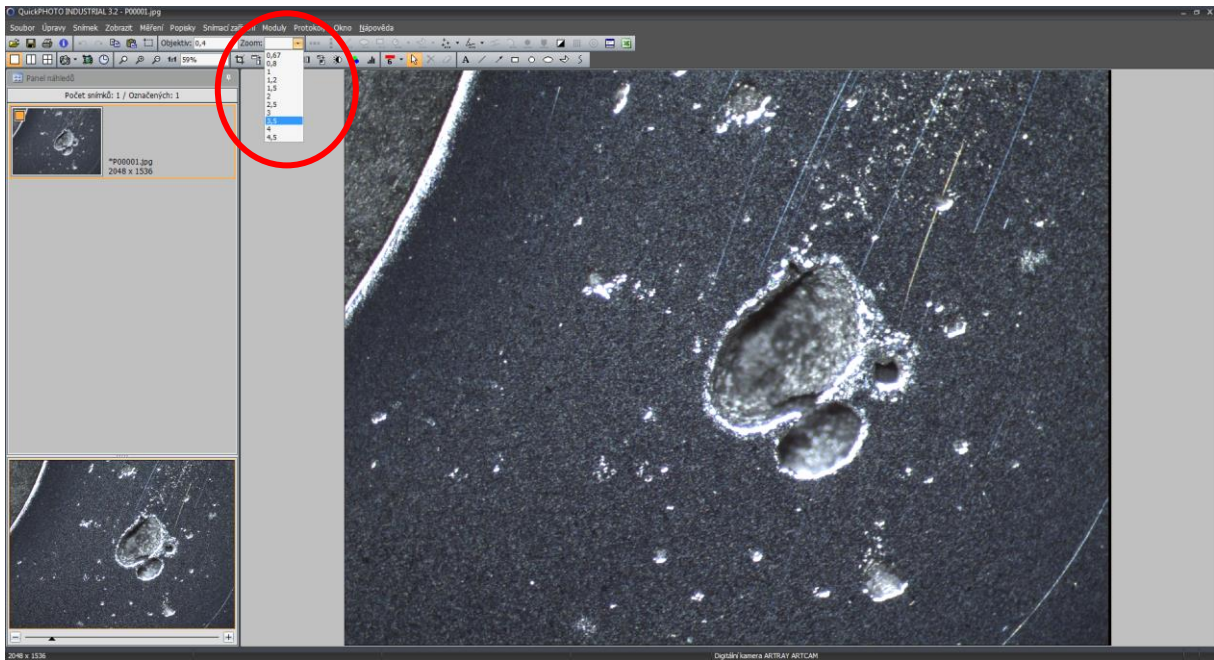


- Zvětšení objektivu vyčteme přímo na samotném objektivu, tedy 0,4×

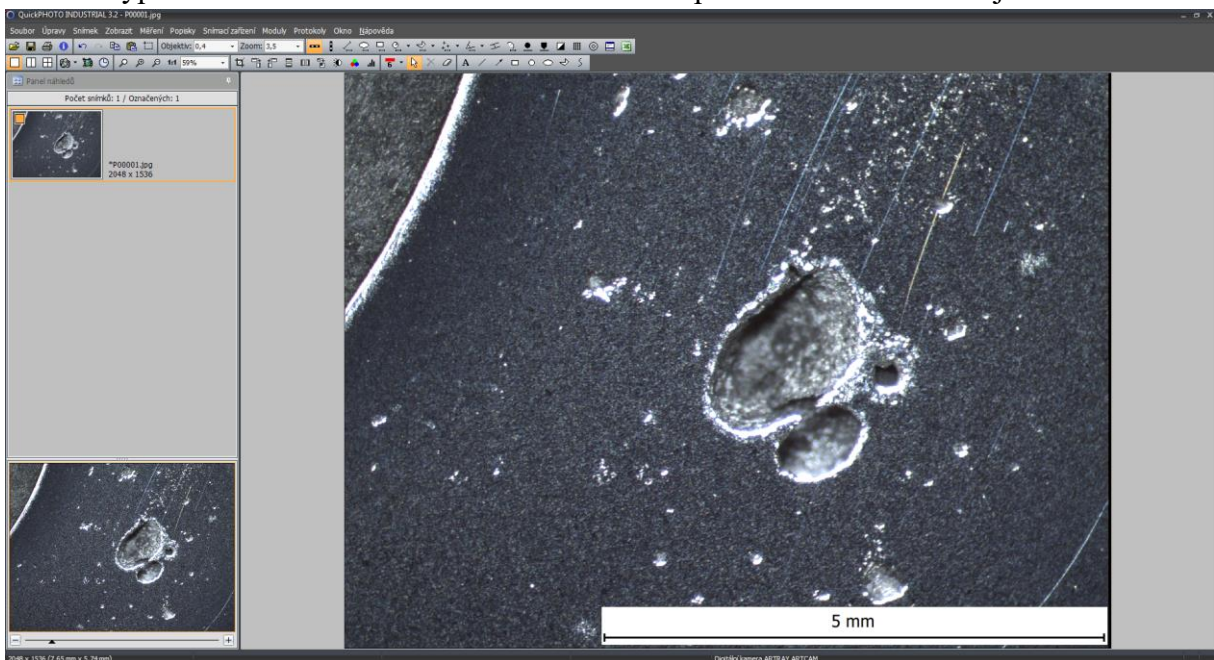



- Zoom vyčteme na kolečku zoom, do pole Zoom tedy doplníme hodnotu 3,5

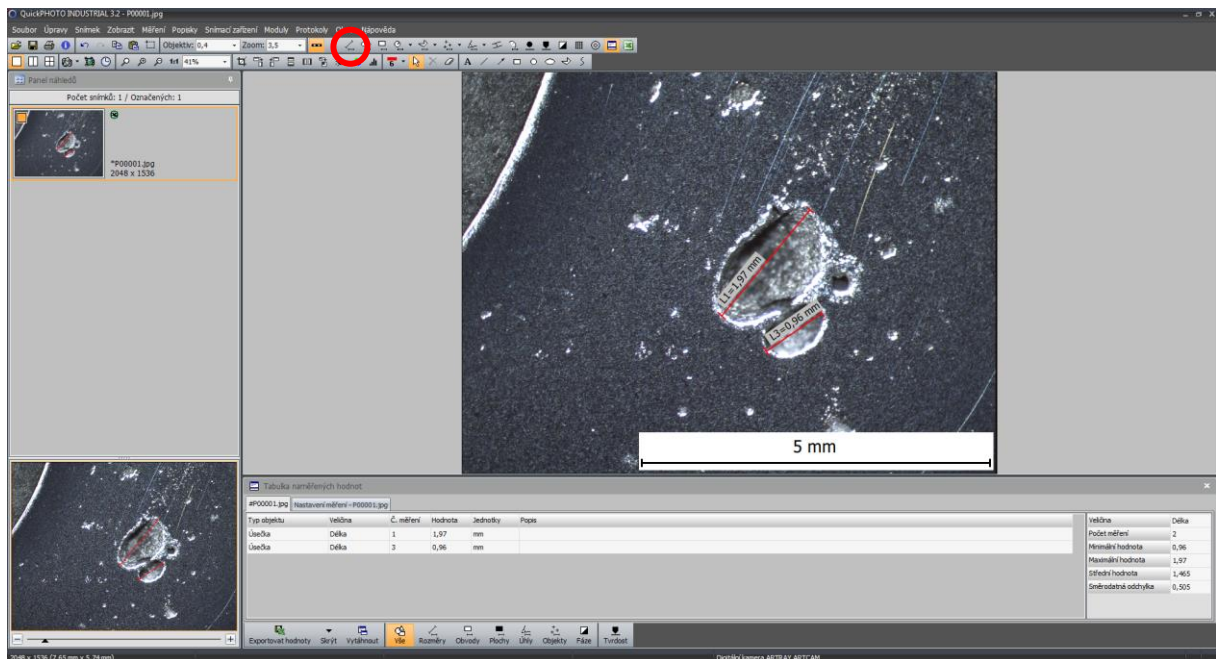




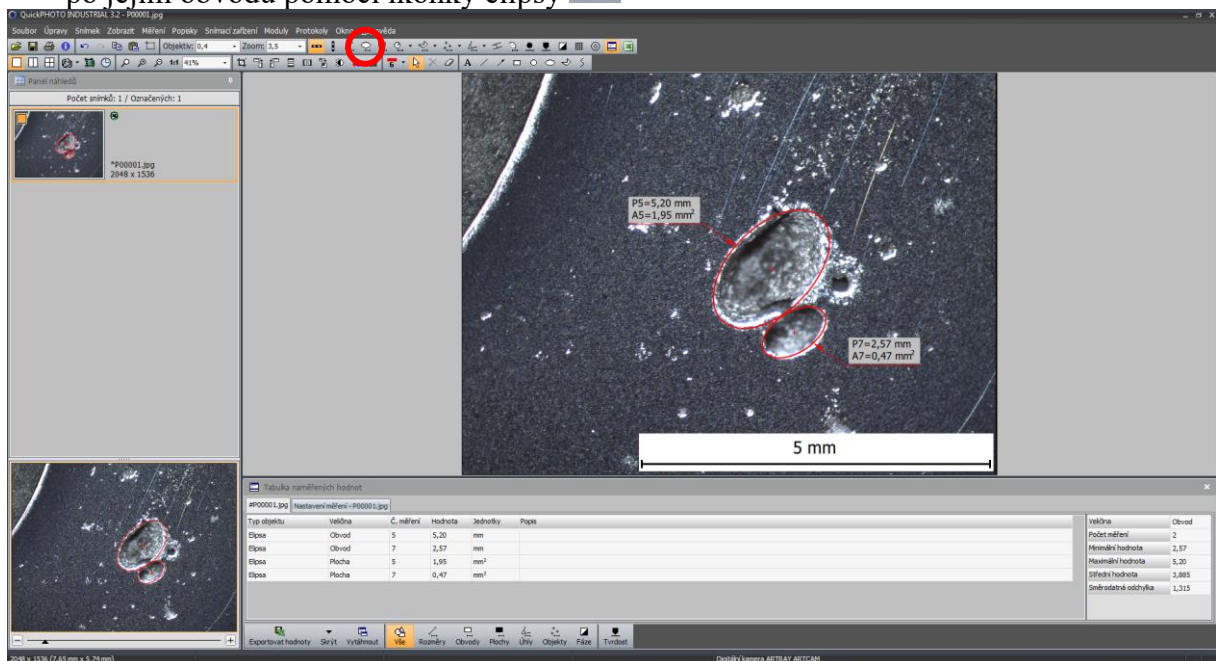
- Po vyplnění těchto dvou kolonek se na snímku v pravém dolním rohu objeví měřítko



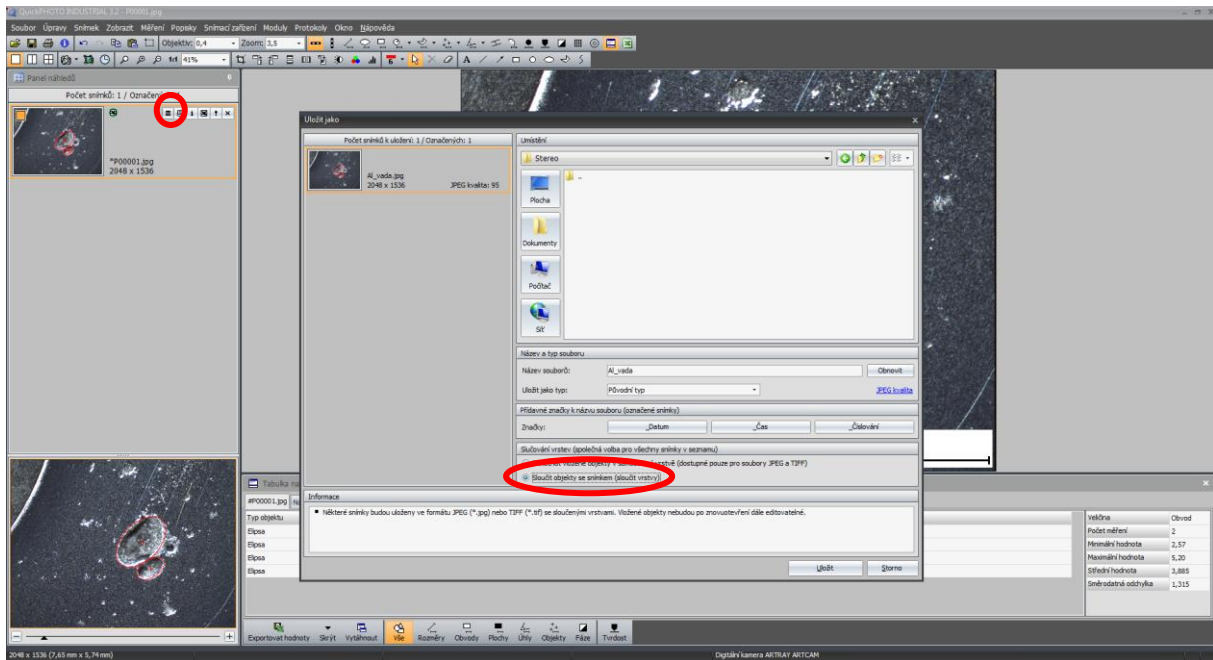
- Pro hodnocení velikosti dutin můžeme změřit například délku v nejdelším místě dutiny pomocí ikonky měření délky úsečky 
- Úsečka se vytvoří kliknutím pravým tlačítkem myši na požadovaný počátek a konec úsečky, automaticky se u úsečky objeví také popisek s její délkou



- Dále můžeme například změřit obvod a plochu dutiny, kterou zabírá, vytvořením elipsy po jejím obvodu pomocí ikony elipsy



- Po provedení daných analýz je důležité snímky správně uložit, to provedeme kliknutím na ikonu diskety u miniatury snímku na levé straně obrazovky



- Pokud si přejeme uložit snímek i s naměřenými daty a měřítkem, zvolíme možnost *Sloučit objekty se snímkem (sloučit vrstvy)*, v opačném případě uložíme pouze čistý snímek bez naměřených dat

Ukončení práce a vypnutí přístroje

- Po ukončení práce zavřeme software a vypneme počítač
- Vypneme vypínač prodlužovacího kabelu, který vede ke světelnému zdroji stereomikroskopu

Seznam použitých zdrojů:

- [1] MICHNA, Štefan. Encyklopedie hliníku. Děčín: Alcan Děčín Extrusions, 2005. ISBN 80-89041-88-4.
- [2] Stereomicroscope System SZ61/SZ51. *OLYMPUS: Průmyslová řešení* [online]. Dostupné z: <https://www.olympus-ims.com/cs/microscope/sz61/>
- [3] *Katalog vad odlitků ze slitin hliníku*. [Brno]: Česká slévárenská společnost, 2018. ISBN 978-80-02-02817-8.
- [4] *Buhler SumMet - A Guide to Materials Preparation and Analysis*. 4. Germany, 2018. ISBN 0-9752898-0-2.
- [5] Metallographic Cleaning Information. *Metallographic* [online]. Dostupné z: <https://www.metallographic.com/Metallographic-Technical/Metallography-Technical-Cleaning.htm>
- [6] *Stereomikroskopy SZ61/SZ61–60/SZ61TR, SZ51/SZ51–60: Návod k obsluze*.
- [7] *QuickPHOTO INDUSTRIAL 3.2: Uživatelská příručka*. 2020.