

Příprava a charakterizace strukturovaných povrchů

Bc. Radek Gajdošík

Diplomová práce
2016



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav fyziky a mater. inženýrství

akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Radek Gajdošík**

Osobní číslo: **T14481**

Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**

Studijní obor: **Materiálové inženýrství**

Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Příprava a charakterizace strukturovaných povrchů**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte literární rešerši na téma chemické a elektrochemické úpravy materiálů na bázi hliníku.
2. Provedte experimenty věnované systematické úpravě povrchové drsnosti povrchu hliníku či jeho slitin.
3. Provedte charakterizaci povrchové drsnosti a vzhledu pomocí dostupných technik, SEM, kontaktní a bezkontaktní profilometrie.
4. Výsledky přehledně diskutujte a zhodnoťte.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

1. **HENSEL, Kenneth B. Electropolishing. Metal Finishing. 2000, 98(1), 440–448.**
2. **CAKIR, O. Chemical etching of aluminium. Journal of Materials Processing Technology. 2008, 199(1–3), 337–340.**
3. **CHVOJKA, Jiří a Miroslav BRZOBOHATÝ. Zpracování a použití hliníku a jeho slitin. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1961.**
4. **BARTL, D a Otakar MUDROCH. Technologie chemických a elektrochemických povrchových úprav. Vyd. 1. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1957.**

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Antonín Minařík, Ph.D.

Ústav fyziky a mater. inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

15. ledna 2016

Termín odevzdání diplomové práce:

20. května 2016


Ve Zlíně dne 22. února 2016



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.

děkan

L.S.



doc. Mgr. Aleš Mráček, Ph.D.

ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 18.5.2016

.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlázení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Byly studovány možnosti úpravy povrchové topografie materiálů na bázi hliníku. Zkoumané vzorky byly v prvním kroku cíleně zdrsňovány broušením či pískováním. Poté probíhalo jejich leptání v chemických lázních. Zkoumanými parametry byly teplota, čas, složení roztoku, koncentrace jednotlivých chemických komponent, následnost jednotlivých kroků úpravy a vliv proudové hustoty. Upravené vzorky byly charakterizovány pomocí skenovací elektronové mikroskopie, optické a mechanické profilometrie. Ze získaných výsledků vyplynulo, že změnou nastavením procesních parametrů a složení leptacích lázní lze připravovat diametrálně odlišné povrchy lišící se svou topografií a parametry povrchové drsnosti.

Klíčová slova:

povrch, hliník, leptání, drsnost, elektronová mikroskopie, profilometrie.

ABSTRACT

The treatment possibilities of surface topography of materials based on aluminum were studied. Roughness of investigated samples was increase by grinding or sandblasting in the first step. Then the samples were etched in various chemical bath. The studied parameters were temperature, time, composition of the solution, the concentration of individual chemical components, the sequence of individual treatment steps and the influence of current density. Modified samples were characterized by scanning electron microscopy, optical and mechanical profilometry. The obtained results showed that by changing the setting of process parameters and composition of etching baths can be prepared different surfaces with specific topography and parameters of surface roughness.

Keywords:

Surface, Aluminium, Etching, Roughness, Electron Microscopy, Profilometry.

Na tomto místě bych rád poděkoval panu Ing. Antonínovi Minaříkovi PhD. za vedení mé diplomové práce, také za jeho podporu, trpělivost, cenné rady, inspiraci a diskuze nejen při vypracovávání této diplomové práce. Dále patří mé poděkování Ing. Erikovi Wrzecionkovi za jeho čas, ochotu a pomoc při měření dat do této práce.

V neposlední řadě patří poděkování mé rodině za podporu a zázemí během celého studia.

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a použitím odborné literatury a zdrojů uvedených v seznamu.

Prohlašuji, že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně 18.5.2016

.....

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 HLINÍK	12
1.1 VLASTNOSTI HLINÍKU	12
1.2 VÝSKYT V PŘÍRODĚ	13
1.3 VÝROBA HLINÍKU	13
1.3.1 Průběh výroby	13
1.4 SLITINY HLINÍKU	15
1.4.1 Dural.....	16
2 POVRCHOVÉ ÚPRAVY HLINÍKU	17
2.1 POVRCHOVÉ ÚPRAVY HLINÍKU LZE ROZDĚLIT NÁSLEDOVNĚ:	17
2.1.1 Mechanické broušení	17
2.1.2 Mechanické leštění.....	17
2.1.3 Lapování.....	18
2.1.4 Eloxování hliníku (anodická oxidace)	18
2.1.5 Leptání.....	19
2.1.5.1 Leptání pomocí roztoku H_3PO_4	19
2.1.5.2 Leptání pomocí roztoku $FeCl_3$	20
2.1.6 Elektrolytické leštění.....	21
2.1.7 Vybrané patentované a literárně popsané lázně pro leptání a elektrolytické leštění povrchu hliníku	25
2.1.7.1 Patentovaný postup 1	25
2.1.7.2 Patentovaný postup 2.....	25
2.1.7.3 Patentovaný postup 3	26
2.1.7.4 Patentovaný postup 4.....	26
2.1.7.5 Patentovaný postup 5	27
2.1.7.6 Patentovaný postup 6.....	28
2.1.8 Vybrané literárně popsané přístupy povrchových úprav hliníku	28
2.1.8.1 Publikovaný postup 1.....	28
2.1.8.2 Publikovaný postup 2.....	28
2.1.8.3 Příprava superhydrofobního povrchu na bázi hliníku.....	29
3 METODY CHARAKTERIZACE POVRCHU	32
3.1 SKENOVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE (SEM).....	32
3.2 PROFILOMETRIE	34
II PRAKTICKÁ ČÁST	36
4 POPIS PROVEDENÝCH EXPERIMENTŮ	37
4.1 PŘÍPRAVA HLINÍKOVÝCH VZORKŮ	37
4.2 PRŮBĚH A PROVEDENÍ CHEMICKÝCH ÚPRAV – LEPTÁNÍ, LEŠTĚNÍ	37
4.3 POUŽITÉ CHEMICKÉ LÁTKY	38
5 SPECIFIKACE POUŽITÝCH PŘÍSTROJŮ PRO CHARAKTERIZACI POVRCHU	39

5.1	SKENOVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP	39
5.2	KONTAKTNÍ PROFILOMETR	40
5.3	BEZKONTAKTNÍ PROFILOMETR	40
6	VÝSLEDKY A DISKUZE	41
6.1	CHARAKTERIZACE VÝCHOZÍHO MATERIÁLU	41
6.2	VLIV LEPTACÍCH LÁZNÍ NA VÝSLEDNÝ VZHLED POVRCHU	44
7	VLIV PODMÍNEK LEPTÁNÍ NA VÝSLEDNOU PODOBU POVRCHU	48
7.1	VLIV ČASU LEPTÁNÍ	48
7.2	VLIV TEPLoty LEPTÁNÍ	51
7.3	VLIV KONCENTRACE JEDNOTLIVÝCH SLOŽEK	55
7.4	VLIV PROUDU A JEHO VELIKOSTI PŘI ELEKTROLYTICKÉM LEPTÁNÍ	58
7.5	VLIV VÝCHOZÍHO POVRCHU	62
7.6	VÍCEKROKOVÝ POSTUP LEPTÁNÍ	63
7.6.1	Dvoukrokový proces leptání	63
7.6.2	Tříkrokový proces leptání	70
7.6.3	Čtyřkrokový proces leptání	72
	ZÁVĚR	75
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	77
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	81
	SEZNAM OBRÁZKŮ	82
	SEZNAM TABULEK	86

ÚVOD

Hliník, jako materiál je díky svým dvěma hlavním přednostem, kterými jsou nízká hmotnost a korozivní odolnost využíván v širokém spektru průmyslových aplikací. Používá se pro výrobu lehčených konstrukcí, nosných, krycích a pohledových prvků v automobilovém a leteckém průmyslu, při výrobě forem pro polymerní materiály, atd. Zvláště u pohledových a funkčních ploch, které přichází do kontaktu s jinými materiály a povětrnostními vlivy je zásadní post-zpracovatelským proces v podobě finální úprava jeho povrchu. Tato úprava má vést buďto ke zlepšení vzhledu konečného produktu za současného zamezení následné oxidace povrchu a současně může mít další funkční vlastnosti spočívající ve zvýšení adheze následně nanášených vrstev nebo naopak může vykazovat samočistící efekt.

Z výše uvedeného plyne zaměření této diplomové práce věnované studiu možností chemické a elektrochemické úpravy povrchu hliníku. Na úpravy diskutované v rámci této práce nelze pohlížet pouze jako na snahu připravit co nejhladší povrch vyznačující se co nejmenšími hodnotami parametrů drsnosti. Jsou zde rovněž diskutovány možnosti přípravy specificky strukturovaných povrchů, které vyplynuly z experimentálních výsledků.

Teoretická část práce pojednává o hliníku jako materiálu, jeho získávání, čištění, zpracování a kombinování s jinými kovy. Další část věnuje pozornost základním principům leptání hliníku, které jsou rozdiskutovány na patentovaných a publikovaných příkladech.

V praktické části práce je podrobně diskutován postup jednotlivých povrchových úprav a metodiky charakterizace získaných povrchů. V závěrečné části práce jsou diskutované získané poznatky členěné podle zásadních procesních proměnných.

I. TEORETICKÁ ČÁST

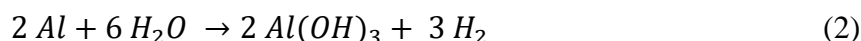
1 HLINÍK

Hliník (Al) je chemický prvek, který se řadí mezi kovové prvky. Kovový hliník patří mezi technicky nejvýznamnější látky. Z hlediska roční spotřeby se jedná o nejdůležitější neželezný kov a po železu druhý nejvýznamnější kov vůbec.

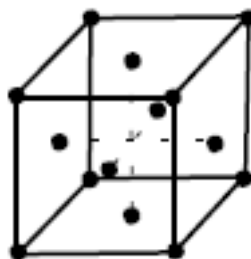
1.1 Vlastnosti hliníku

Hliník je neušlechtilý stříbřitě šedý, velmi dobře kujný kov. Je výborným vodičem elektrického proudu, je slabě paramagnetický. Čistý hliník vykazuje při teplotě 1,14 K supravodivost. Patří mezi lehké kovy, kam se obvykle řadí kovy s hustotou nižší než 5000 kg/m^3 . Kromě hliníku jsou nejvýznamnějšími zástupci lehkých kovů hořčík a titan. Hustota hliníku je 2690 kg/m^3 a teplota tání je $660 \text{ }^\circ\text{C}$. Hodnota tepelné vodivosti je $2,37 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ při $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Hliník o čistotě 99,99 %, při teplotě $20 \text{ }^\circ\text{C}$ má hodnotu odporu $0,02655 \text{ }\mu\Omega\cdot\text{m}$. [1, 2]

Hliník je na vzduchu poměrně stabilní. Měl by reagovat s vodou a vzdušnou vlhkostí. Této reakci ale brání tvorba ochranné oxidové vrstvy Al_2O_3 na jeho povrchu i povrchu jeho slitin, která brání další oxidaci.



Struktura hliníku je tvořena kubickou plošně centrovanou krystalickou mřížkou (FCC), viz. Obr. 1. Díky tomu je čistý hliník značně měkký a velmi dobře tvárný. Kvůli svým mechanickým vlastnostem se čistý hliník nepoužívá jako konstrukční materiál.



Obrázek 1 - Plošně centrovaná krystalická mřížka typická pro hliník (FCC). [27]

1.2 Výskyt v přírodě

Hliník je po křemíku a kyslíku třetím nejrozšířenějším prvkem v zemské kůře (je zastoupen v asi 7,5 % zemské kůry). Díky své reaktivitě se v ryzí formě většinou nevyskytuje. Vyskytuje se hlavně ve formě sloučenin, z nichž nejběžnější je bauxit ($Al_2O_3 \cdot 2H_2O$). Bauxit je nejdůležitější rudou pro výrobu hliníku.

Hliník se v přírodě vyskytuje i ve formě minerálů. Velmi rozšířeným minerálem je korund, což je krystalický oxid hlinitý (Al_2O_3). Korund je velmi tvrdý - druhý nejtvrdší na Mohsově stupnici tvrdosti. Tato vlastnost je využívána pro výrobu brusného materiálu. Odrůdami korundu jsou safír, rubín a smirek. Safír a rubín jsou drahokamy a po chemické stránce jsou to Al_2O_3 s příměsí, které způsobují jejich zbarvení.

Důležitou sloučeninou je tzv. kryolit neboli hexafluorohlinitan sodný ($Na_3[AlF_6]$). Tato sloučenina je důležitá při výrobě hliníku, kde se používá pro snížení teploty tání bauxitu. [1]

1.3 Výroba hliníku

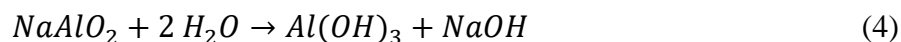
Čistý hliník se poprvé podařilo izolovat dánskému fyzikovi Hansi Christianovi Ørstedovi roce 1824. Jeho postup byl ale velmi nákladný a složitý. V té době se hliník používal pro výrobu šperků, protože byl téměř stejně drahý jako zlato. Komerční výroba hliníků začala objevem možnosti využití elektrolýzy v roce 1886 z roztaveného kryolitu sodného. Nezávisle na sobě si tento postup nechali patentovat Francouz Paul Héroult a Američan Charles Hall. Tímto pokrokem se podařilo nákladnost procesu výroby výrazně snížit. Proto se elektrolýze hliníku pomocí roztavených solí říká také Hall - Héroultova elektrolýza.

V dnešní době se pro průmyslovou výrobu hliníku používá pouze elektrolytický způsob. Základní surovinou pro získávání hliníku je bauxit. [1, 3]

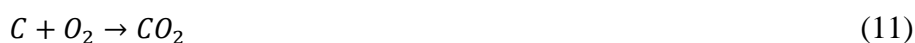
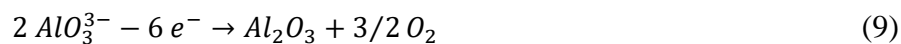
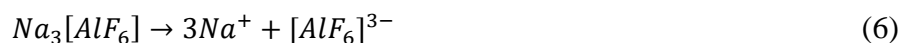
1.3.1 Průběh výroby

V prvním kroku se provádí alkalické tavení bauxitu v přítomnosti NaOH, kdy Al_2O_3 zreaguje na $NaAlO_2$, který je rozpustný ve vodě. Poté následuje filtrace nerozpustných nečistot. Následně se z $NaAlO_2$ pomocí hydrolýzy získává $Al(OH)_3$ a z něj se kalcinací získává čistý Al_2O_3 . Tato výrobní metoda se nazývá Bayerova metoda. Proces je založen na následujících chemických rovnicích:





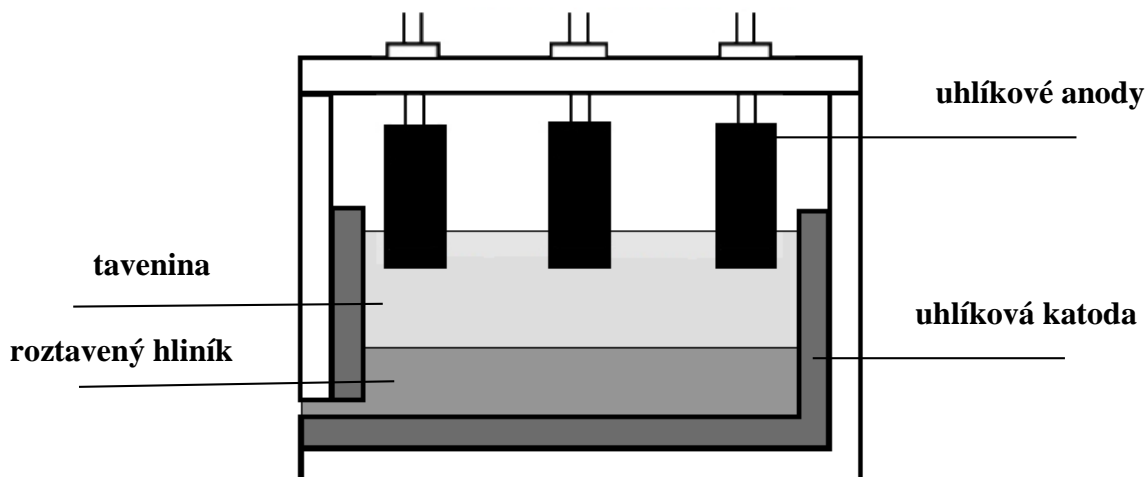
V druhém kroku probíhá elektrolyza, pomocí níž se získává čistý Al. Jako elektrolyt se používá tavenina Al_2O_3 v kryolitu ($Na_3[AlF_6]$). Kryolit se zde používá jako tavidlo. To má za následek snížení teploty tání Al_2O_3 z 2050 °C na 950 °C. Jako katoda slouží grafitová vana elektrolyzéro, později tuto roli zastává vyloučený kapalný hliník. Anodou jsou grafitové elektrody. Elektrolyza probíhá na základě těchto rovnic:



Rovnice (6) popisuje disociaci $Na_3[AlF_6]$ a rovnice (7) disociace Al_2O_3 na hlinitý kationt a hlinitanový aniont. Na katodě probíhá redukce hlinitého kationtu na hliník, což ukazuje rovnice (8). K anodě putují hlinitanové anionty, kde se oxidují a vylučuje se kyslík. (8) Ten reaguje s materiálem elektrody a vzniká CO a CO_2 . (9), (10). Kapalný hliník o čistotě zhruba 99,5 % se z elektrolyzéro odsává.

Posledním krokem výroby hliníku je jeho rafinace, viz. Obr. 2. Tato operace probíhá opět na základě elektrolyzy. Základem celého procesu je rozpouštění hliníku ze slitiny s mědí na anodě a jeho vylučování na katodě. Elektrolytem jsou 3 vrstvy s různou hustotou. Nejspodnější vrstvou je již zmiňovaná slitina hliníku s mědí, která má hustotu 3000 - 3500 kg/m³. Další vrstvou je elektrolyt tvořený chloridovými a fluoridovými soli o hustotě kolem 2700

kg/m³. Poslední vrstvou je roztavený čistý hliník o hustotě 2300 kg/m³, který se vylučuje na katodě. Takto přečištěný hliník má čistotu 99,99 % a využívá se především v elektrotechnice. [4]



Obrázek 2 - Schéma zařízení pro výrobu hliníku

1.4 Slitiny hliníku

Čistý hliník nemá příliš dobré mechanické vlastnosti. Tato skutečnost brání využití čistého hliníku jako konstrukčního materiálu. Přídavkem určitého množství jiného prvku vznikají slitiny, tato operace se nazývá legování. Legováním můžeme ovlivňovat mechanické, fyzikální a i chemické vlastnosti tohoto materiálu. Jako legovací prvky se nejčastěji používají měď, mangan, křemík, hořčík, železo a zinek.

Efekt legovacích prvků na hliník:

- **měď** zvyšuje tvrdost, pevnost, ale zhoršuje tvárnost a odolnost vůči korozi,
- **hořčík** zvyšuje pevnost a odolnost vůči korozi,
- **mangan** zvyšuje pevnost a odolnost vůči korozi,
- **zinek** zvyšuje pevnost, snižuje houževnatost a odolnost vůči korozi,
- **železo** zvyšuje pevnost a tvárnost, snižuje houževnatost a odolnost vůči korozi,
- **nikl** zvyšuje pevnost a houževnatost i za zvýšených teplot. [5]

1.4.1 Dural

Slitiny hliníku se používají především jako lehké konstrukční materiály. Dural je obchodní označení pro nejnámější a nejpoužívanější slitinu hliníku. Má velmi dobré mechanické vlastnosti při zachování nízké měrné hmotnosti. Oproti čistému hliníku má dural jen nepatrně vyšší hustotu a to $2800 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Je mnohem tvrdší a má až 5x vyšší pevnost v tahu. Pevnost a tvrdost duralu je možno zvýšit tepelným zušlechťením, podobně jako u ocelových slitin. Dural se snadno obrábí, toho se využívá například při výrobě forem pro gumárenský a plastikářský průmysl. Chemické složení duralu je 90 - 96 % hliníku, 4 - 6 % mědi s malým přídavkem hořčíku, manganu. [1]

2 POVRCHOVÉ ÚPRAVY HLINÍKU

Povrch si lze představit jako opakující se množinu výstupků a prohlubní, výše a níže položených oblastí. Výsledná topografie povrchu, povrchová drsnost a čistota, následně určují vlastní aplikační možnosti a užité vlastnosti materiálů na bázi hliníku. [6]

2.1 Povrchové úpravy hliníku lze rozdělit následovně:

- mechanické broušení
- mechanické leštění
- lapování
- eloxování
- leptání
- elektrolytické leštění.

V dalším textu bude stručně rozveden popis jednotlivých přístupů, jejich výhod a nevýhod. Z čehož nejpodrobněji bude diskutován proces odleptání a elektrolytického leštění povrchu hliníku.

2.1.1 Mechanické broušení

Broušení se řadí mezi nejstarší metody obrábění. Ve většině případů slouží jako dokončovací metoda obrábění vnějších i vnitřních povrchů. Broušení se používá hlavně pro dokončování ploch, které byly obráběny jinou technologií. V závislosti na průběhu a podmínkách operace lze dosahovat vysoké přesnosti povrchu. Tato metoda se také může využít pro obrábění a opracování materiálů s vysokou tvrdostí a pevností.

Pro obrábění se používají obráběcí nástroje nebo také volné brusivo, které je nutné důkladně chladit. Chlazení je velmi důležité, protože v místě styku brusiva a broušeného povrchu vzniká velké množství tepla. Chladicí kapalina má také za úkol snižovat tření a tím snižuje i množství vyvíjeného tepla a také odplavuje odbroušený materiál.

Dosahovaná hodnota R_a broušeného povrchu se pohybuje v závislosti na způsobu broušení a na tvaru opracovávaného povrchu od 6,3 μm až do 0,2 μm . [6]

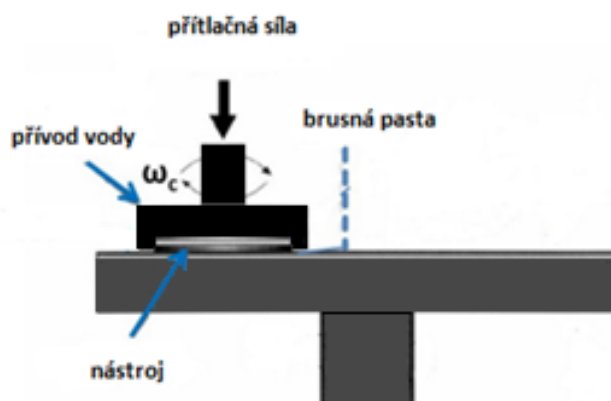
2.1.2 Mechanické leštění

Leštění je jedna z mnoha metod obrábění, pomocí níž se odstraňují drobné nerovnosti a je možno dosáhnout i zrcadlového lesku a velmi vysoké jakosti povrchu, R_a až 0,1 μm . Rozdíl

mezi mechanickým leštěním a broušením je zejména v množství ubíraného materiálu, kdy při leštění je toto množství mnohem menší a dochází k odstraňování pouze vrcholků nerovností. Tuto operaci lze provádět jak ručně, tak i strojně. Jako lešticí nástroje se používají kotouče, kartáče a pásy vyrobené z různých tkanin, plsti, kůže, bavlny, korku i kovu. [6]

2.1.3 Lapování

Lapování je proces obrábění rovinných nebo tvarových ploch, kdy je materiál odebírán pohybem zrn brusného materiálu volně rozptýlených v kapalině nebo pastě, umístěných mezi obrobkem a nástrojem, viz. Obr. 3. Rozhodujícími parametry jsou množství, druh a velikost částic brusiva a přítlak nástroje. Tímto procesem se dosahuje snížení drsnosti povrchu a tak ke zvýšení jeho jakosti a přesnosti tvaru. Obráběný předmět je zafixovaný a nástroj vykonává pohyb, kterým způsobuje i pohyb částic brusiva. Dosahovaná jakost povrchu při lapování se pohybuje od $0,4 \mu\text{m}$ do $0,005 \mu\text{m}$. [6]



Obrázek 3 – Schéma procesu lapování.

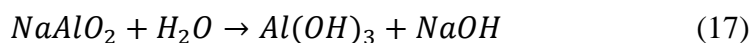
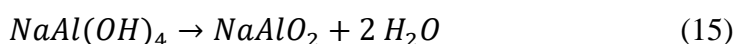
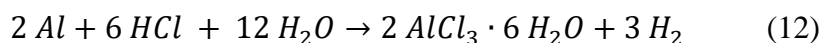
2.1.4 Eloxování hliníku (anodická oxidace)

Eloxování je elektrochemický proces založen na principu elektrolýzy. Je podobný procesu galvanického pokovování, s tím rozdílem, že předmět je zapojen jako anoda. Efektem tohoto procesu je umělé zesílení povrchové oxidové vrstvy na povrchu upraveného kovu. Tato oxidová vrstva je chemicky i mechanicky výrazně odolnější než samotný kov. Na povrchu hliníku se vytvoří vrstva Al_2O_3 se strukturou korundu, to je důvod vysoké tvrdosti této vrstvy. Pomocí této operace lze dosáhnout i snížení drsnosti. Nevýhodou může být nízká tepelná roztažnost a vodivost takto vytvořené vrstvy. Naopak výhodou této povrchové úpravy je možnost nastavení barvy takovéto oxidové vrstvy.

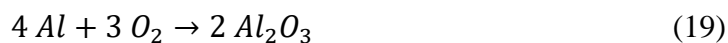
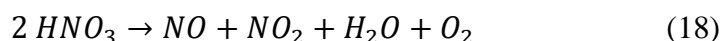
Tento proces probíhá za působení stejnosměrného nebo střídavého proudu. Jako elektrolyt se nejčastěji používají vodné roztoky H_2SO_4 , H_3PO_4 , H_2CrO_4 . Působením elektrického proudu se na povrchu materiálu vylučuje kyslík a jeho účinkem se na povrchu tvoří vrstva Al_2O_3 . Tloušťka oxidové vrstvy závisí na množství prošlého proudu a pohybuje se většinou mezi 8 - 25 μm . Nicméně je možné vytvořit vrstvu o tloušťce 50 - 100 μm . [5]

2.1.5 Leptání

Leptání se řadí do technologií chemického obrábění. Pro toto obrábění se využívá chemických reakcí mezi leptací směsí a materiálem předmětu. Hliník a jeho slitiny se velmi dobře rozpouští v hydroxidech alkalických kovů a v neoxidujících kyselinách za vzniku vodíku. Leptání lze popsat následujícími rovnicemi. [7]



Při styku hliník s koncentrovanými oxidujícími kyselinami dochází k jeho pasivaci neboli k vytvoření ochranné oxidové vrstvy. [9]



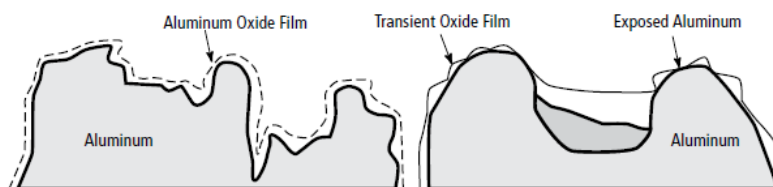
2.1.5.1 Leptání pomocí roztoku H_3PO_4

Nejčastěji se pro leptání povrchu Al používá směs H_3PO_4 s dalšími aditivy, kdy stěžejní složkou je H_3PO_4 a ostatní látky jsou ve směsi zastoupeny v mnohem menším množství.

Velmi často používanou látkou ve směsi s H_3PO_4 je HNO_3 . Při styku HNO_3 s povrchem hliníku se na něm ihned tvoří ochranná vrstva oxidu, která brání v další oxidaci povrchu. Následně je vrstva oxidu rozpouštěna kyselinou fosforečnou, viz. Obr. 4. Toto rozpouštění ovšem probíhá rychleji na výstupcích oproti prohlubním a to díky zvýšené viskozitě směsi a postupnému sycení roztoku fosforečnanem hlinitým za úbytku HNO_3 . Jedním z problémů

použití HNO_3 při leptání je uvolňování oxidů dusíku (NO_x), převážně pak NO_2 . Oxid dusičitý je červeno-hnědý, velmi agresivní a jedovatý plyn. Způsobuje podráždění dýchacích cest a očí.

Velmi často se také používá H_2SO_4 , která urychluje proces leptání. Obsah jednotlivých složek lázně musí být velmi dobře vyvážen, aby docházelo k odleptávání optimálního množství kovu, zejména pak při snaze získat hladký a lesklý povrch. Při rozpuštění hliníku dále dochází k uvolňování plynného vodíku. Při leptání může vznikat specifické povrchové zvrásnění v podobě „pomorančové kůry“. Tento problém je způsoben vysokou agresivitou lázně k povrchu. Jeho řešení spočívá například ve snížení teploty lázně, snížením obsahu HNO_3 , zvýšením obsahu rozpuštěného hliníku v lázni nebo přidavku vody do leptací směsi. [10]



Obrázek 4 – Průběh odleptávání (H_3PO_4) povrchových nerovností v důsledku přednostního narušování oxidované vrstvy (vytvořené HNO_3) na vrcholcích nerovností. [10]

2.1.5.2 Leptání pomocí roztoku FeCl_3

Další vhodnou látkou pro leptání Al a jeho slitin je FeCl_3 . Pracovní postup modifikace povrchu pomocí FeCl_3 je složen ze tří základních kroků. Prvním krokem je odstranění veškerých nečistot z povrchu předmětu. Druhým krokem je samotné leptání a posledním je důkladný oplach předmětu od leptacího činidla. Pro čištění povrchu před leptáním je možno použít zředěné roztoky kyselin nebo zásad. Následně se tyto látky musí z povrchu odstranit. Hloubku leptu ovlivňuje doba, po kterou leptání probíhá. Čím déle leptání probíhá, tím větší je hloubka leptu. Nejstabilnější a nejrovnoměrnější výsledek leptání lze získat při časech delších než 5 minut. Další zásadní proměnou je teplota leptání. Obecně platí, že se zvyšující teplotou roste rychlost a hloubka leptání. To má za následek vyšší drsnost povrchu. Jak plyne z literatury [11] nejnižší povrchovou drsnost lze při použití tohoto leptacího roztoku získat při teplotě $20\text{ }^\circ\text{C}$ a nejvyšší při $50\text{ }^\circ\text{C}$ za jinak srovnatelné výchozí koncentrace $1,25\text{ M FeCl}_3$ v roztoku. Chemická reakce popisující leptání hliníku pomocí FeCl_3 :



2.1.6 Elektrolytické leštění

Je to metoda chemické modifikace povrchu. Principem je elektrolytické působení na kovový předmět, z jehož povrchu se průchodem elektrického proudu odebírání kov ve formě iontů, které poté přechází do roztoku. Tento proces je v podstatě opakem galvanického pokovování. Cílem této úpravy je snížení mikro drsnosti povrchu a tím i snížení možnosti ulpívání nečistot.

V tomto uspořádání je upravovaná součást zapojena jako kladná elektroda, tedy anoda. Jako katody se mohou používat například ocelové nebo měděné desky, viz. Obr. 5. Stejně, jako u elektrolýzy se používá stejnosměrný proud. Také pro leštění se používá elektrolyt, který v podstatě odebírání materiál z povrchu upravovaného předmětu. Uvolněné ionty se buď pohybují ke katodě a na jejím povrchu se redukuje nebo se mohou vyredukovat dříve a tak vytvářet kal. Tento kal se může usazovat na obou elektrodách a tím bránit průchodu elektrického proudu. Množství odebraného materiálu závisí na množství prošlého proudu, na době jeho průchodu a na použitém elektrolytu.

Je to elektrochemický děj, jehož základem je průchod stejnosměrného elektrického proudu vhodným médiem. Aby médiem mohl procházet elektrický proud, je nutné vytvořit elektrické pole. Toto pole vyvolává usměrněný pohyb iontů, jelikož na ně působí elektrickou silou, která je daná vztahem:

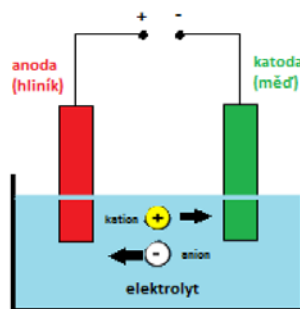
$$\mathbf{F} = \mathbf{q} \cdot \mathbf{E} \quad (21)$$

kde: \mathbf{F} - elektrická síla [N]

\mathbf{q} - náboj [C]

\mathbf{E} - intenzita elektrického pole [$\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$].

Vhodným prostředím pro průběh elektrolýzy je tzv. elektrolyt, který musí být elektricky vodivý. Elektrolytem může být roztok nebo i tavenina. Při tomto ději probíhají oxidačně-redukční reakce.



Obrázek 5 – Schéma procesu elektrolýzy při povrchové úpravě hliníku.

Elektrolýza se řídí **I. Faradayovým zákonem**, který říká, že hmotnost vyloučené látky na elektrodě je přímo úměrné součinu proudu a času, po který proud elektrolytem prochází (hmotnost vyloučené látky je přímo úměrná celkovému náboji, který prošel elektrolytem).

$$m = A \cdot I \cdot t = A \cdot Q \quad (22)$$

kde: **m** - hmotnost vyloučené látky na elektrodě [m]

A - elektrochemický ekvivalent látky [$\text{kg} \cdot \text{C}^{-1}$]

I - proud [A]

Q - celkový náboj prošlý elektrolytem [C]

t - čas [s].

II. Faradayův zákon říká, že hmotnost různých prvků vyloučených při elektrolýze stejným nábojem jsou chemicky ekvivalentní.

$$A = \frac{M_m}{z \cdot e \cdot N_A} = \frac{M_m}{z \cdot F} \quad (23)$$

kde: **A** - elektrochemický ekvivalent látky [$\text{kg} \cdot \text{C}^{-1}$]

z - náboj iontu [-]

e - elementární náboj [C]

N_A - Avogadrova konstanta [mol^{-1}]

M_m - molární hmotnost vyloučené látky [$\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$]

F - Faradayova konstanta [$\text{C} \cdot \text{mol}^{-1}$].

Při procesu elektrochemického leštění je v podstatě odebírán-rozpouštěn povrch materiálu za použití lázní o různém složení. Proces probíhá tak, že se přednostně odstraňují vyvýšená místa na povrchu materiálu, a to na základě vyšší proudové hustoty na vrcholcích nerovností. V průběhu tohoto procesu se na povrchu materiálu tvoří viskózní film, který má vysoký odpor. Na vrcholcích nerovností je tento film tenčí a tudíž má nižší odpor než v prohlubních. Proto dochází ke snižování výšky nerovností (snižování drsnosti povrchu). [12]

Proudová hustota neboli hustota elektrického proudu je vektorová fyzikální veličina, která popisuje rozložení elektrického proudu. Při využití elektrolytického leptání je proudová hustota velmi důležitou veličinou. Během procesu může docházet ke kolísání průchodu proudu, a proto je nutné ji bedlivě kontrolovat. Je také nutné zvolit optimální hodnotu proudové hustoty, vzhledem k očekávané podobě a kvalitě povrchu. Tato hodnota je pro každou použitou leptací lázeň odlišná a proto je nutné každou směs důkladně otestovat. [13]

$$\mathbf{J} = \frac{\mathbf{I}}{S} \quad (24)$$

kde: \mathbf{J} – proudová hustota [A/dm^2]

\mathbf{I} – velikost proudu [A]

S – plocha vzorku [dm^2].

Výhodou tohoto způsobu úpravy je, že nedochází k mechanickému a ani tepelnému namáhání materiálu. Povrch získaný touto metodou je do určité míry zbaven drsnosti a podle použité lázně může být vysoce reflexivní. Navíc materiál bude mít vyšší odolnost vůči korozi. Tato metoda je vhodná pro úpravu povrchu předmětů, které se využívají ve farmaceutickém, lékařském a potravinářském průmyslu, protože se na takto upraveném povrchu nemohou v průběhu povrchové úpravy množit a ani hromadit bakterie. Tímto způsobem mohou být také upravovány předměty, které jsou tvarově velmi složité a jinou technologií by nebylo možné jejich povrch vyleštit. [14]

Proces samotného elektrolytického leštění se skládá ze souboru několika následných operací.

1. úprava povrchu před leštěním

Cílem této operace je příprava povrchu předmětu, který má být leštěn. Povrch totiž může nést stopy různých nečistot, které by mohly negativně ovlivnit průběh a výsledek leštění. Pro předúpravu povrchu se používají jak roztoky zásadité, tak i kyselé. Výhodnější je použití kyseliny, jelikož její odstranění z povrchu je jednodušší než v případě alkálií, což má za následek redukci doby a objemu oplachu.

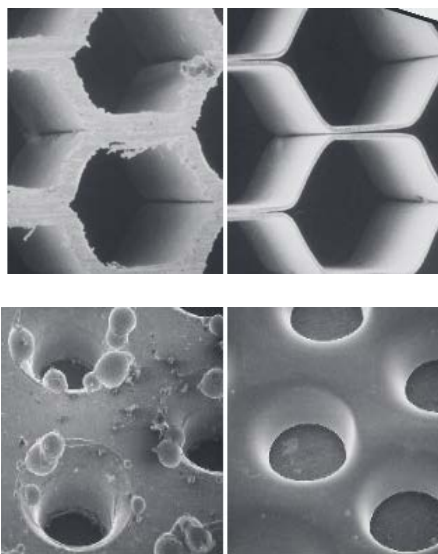
Pokud povrch kovového předmětu nese znaky koroze, zařazuje se do pracovního postupu tzv. moření. Pro tyto účely se používají H_2SO_4 , HCl nebo hydroxidy.

2. elektrolytické leštění

Pro lešticí proces je třeba zdroj stejnosměrného proudu. Zdroj proudu je obvykle přizpůsoben velikosti nádrže nebo nádoby, ve které tento proces probíhá a materiálu, jak je popsáno výše. Příklad výsledků leštění je uveden na Obr. 6.

3. dokončovací úprava

Účelem dokončovací úpravy je odstranit vrstvu nečistot z předchozí operace, která se usadila na povrchu leštěného předmětu. Tato vrstva se skládá ze sloučenin látek, které byly použity pro elektrolytické leštění. Pro odstranění mohou být použity opět kyseliny a zásady. Poté opět následuje důkladný oplach, nejlépe horkou destilovanou vodou. Poté následuje sušení v proudu vzduchu. [15]



Obrázek 6 – Příklad elektrolyticky leštěných povrchů, vlevo povrch před úpravou, vpravo po úpravě. [15]

2.1.7 Vybrané patentované a literárně popsané lázně pro leptání a elektrolytické leštění povrchu hliníku

2.1.7.1 Patentovaný postup 1

Tento postup využívá roztoku NaOH s dusičnanem sodným a dalšími aditivy. Pro dosažení vyššího lesku hliníku se do roztoku přidává glycerin nebo arabská guma. Přídavek těchto látek napomáhá akumulovat odleptaný materiál a zamezí jeho usazování na povrchu. Dusičnan sodný má zde funkci oxidačního činidla, které urychluje proces leptání a zároveň slouží jako zdroj HNO_3 . Může být použita i směs dusičnanu sodného a chlorečnanu sodného, nicméně vyššího lesku je dosahováno při použití samotného dusičnanu sodného. [16]

Příklad leptací směsi - 1: Hmotnost komponent 397 - 907 g na 3,79 litrů. Podíl složek v roztoku 62% NaOH, 25% dusičnan sodný, 10,5% chloritan sodný, 2,5% glukonát sodný. Teplota aplikace 96 °C po dobu 1,5 minuty.

Příklad leptací směsi - 2: Hmotnost komponent 396,9 g na 3,79 l. Podíl složek v roztoku 20% NaOH, 50% dusičnan sodný, 20% chloritan sodný, 10% glukonát sodný. Teplota aplikace 96 °C po dobu 1,5 minuty.

Příklad leptací směsi - 3: Hmotnost komponent 396,9 g na 3,79 l. Podíl složek v roztoku 20% NaOH, 44% dusičnan sodný, 20% chloritan sodný, 8% glukonát sodný, 8% glycerin nebo arabská guma. Teplota aplikace 96 °C po dobu 1,5 minuty.

2.1.7.2 Patentovaný postup 2

Tento patentový postup využívá roztoku NaOH s dalšími aditivy. Pro zlepšení procesu leptání je možno použít tzv. chelatační činidlo, což je například sorbitol, kyselina glukonová a její soli s alkalickými kovy. Přídavek těchto látek napomáhá akumulovat odleptaný materiál a zamezí jeho usazování na povrchu udržet rozpuštěné sloučeniny hliníku na povrchu kovu.

Mohou být také použity také tzv. surfaktanty. Jsou to organické sloučeniny, které snižují povrchové napětí a tak zlepšují smáčení povrchu během leptání a tím pádem ovlivňují vlastnosti a vzhled povrchu. Tyto látky mohou rovněž prodloužit životnost lázně a potlačovat uvolňování dýmu z lázně.

Dalším možným aditivou jsou látky obsahující vodorozpustné fluoridové ionty, které urychlují proces leptání, a to díky zamezení vzniku tzv. inhibičního povlaku na povrchu leptaného

předmětu. Pro zlepšení rozpustnosti fluoridů v alkalickém prostředí se do roztoku přidávají další anionty (například fosforečnanové). Zásadním procesním parametrem v tomto postupu leptání je důkladné odmaštění povrchu, který má být upravován.

Příklad leptací směsi - 1: Hmotnostní koncentrace komponent 29,4 g/l NaOH, 0,6 g/l glu-koheptanoát sodný, 45 g/l dusitan sodný, 5 g/l dusičnan sodný. Teplota aplikace 71 °C po dobu 4 minuty.

Příklad leptací směsi - 2: Hmotnostní koncentrace komponent 29,4 g/l NaOH, 0,6 g/l sorbitolu, 0,0015 g/l fluoroalkylového surfaktantu, 0,0525 g/l chromanu sodného. Teplota aplikace 71 °C po dobu 4 minuty. [17]

2.1.7.3 Patentovaný postup 3

Tento patentovaný postup využívá jako hlavní leptací složku H_3PO_4 . Dále se zde přidává HNO_3 , které má v lázni oxidační funkci. Reakcí HNO_3 s povrchem hliníku se na něm tvoří oxidová ochranná vrstva, kterou následně rozpouští H_3PO_4 . Dusičnan sodný v tomto přístupu zvyšuje životnost leptací lázně. Princip tohoto přístupu je podrobněji popsán výše v textu.

Příklad leptací směsi: Zastoupení jednotlivých komponent 784 ml H_3PO_4 , 98 ml HNO_3 , 40 g dusičnan sodný, 118 ml vody. Teplota aplikace 80-90 °C po dobu 1-2 minuty. [20]

2.1.7.4 Patentovaný postup 4

Tento patentový postup využívá roztoku NaOH s přidanými chelatačními činidly, která napomáhají udržet rozpuštěné sloučeniny hliníku mimo povrch kovu. Výsledek je, že výsledný povrch bude stříbrný nebo stříbřitě šedý. Dále se zde uvádí, že jako alternativu k NaOH lze použít LiOH, nicméně roztok NaOH poskytuje lepší výsledky s ohledem na snižování povrchové drsnosti. Do lázni se rovněž přidávají atomy šestimocného chromu a fluoridové anionty. Jako chelatační činidlo se používá sorbitol, kyselina askorbová, manitol, kyselina glukonová nebo glukonát sodný.

Obsah **atomů chromu** musí ležet v rozmezí **0,02 - 4,5 %** vztaženo k obsahu NaOH. Obsah těchto atomů, společně s působením **fluoridových aniontů a chelatačního činidla**, modifikuje působení NaOH na povrch materiálu.

Zdrojem atomů šestimocného chromu musí být ve vodě rozpustné sloučeniny, například chroman sodný, dichroman draselný, chroman draselný. Koncentrace těchto iontů se pohybuje mezi **0,2 - 0,7 g/l**, lépe mezi **0,2 - 0,32 g/l**.

Obsah fluoridových aniontů se musí pohybovat v rozmezí **0,04 - 2 %** vzhledem k obsahu NaOH, což bývá mezi **0,1 - 0,6 g/l** a lépe **0,2 - 0,3 g/l**. Zdrojem těchto iontů mohou být například fluorid sodný, fluorid draselný.

Chelatační činidlo se podílí na působení leptací lázně na povrch materiálu. Jeho množství je opět závislé na množství NaOH a na množství chromu. Množství tohoto činidla se musí pohybovat mezi **0,4 - 2 g/l** a nejlépe mezi **0,6 - 0,9 g/l**.

Příklad leptací směsi - 1: Zastoupení jednotlivých komponent 80 - 97,5 % NaOH, 0,002 - 3,81 % látky obsahující šestimocný chrom, 0,04 - 1,7 % látky obsahující fluoridové ionty, 2 - 10 % chelatačního činidla.

Příklad leptací směsi - 2: Zastoupení jednotlivých komponent 91,7 % NaOH, 3 % dichroman draselný, 2 % fluorid sodný, 3,3 % sorbitol.

Proces leptání probíhá při teplotě 65,5- 93 °C, lépe 71 - 82 °C po dobu 1 - 15 minut (podle koncentrace jednotlivých složek). Před samotným leptáním je nutno povrch očistit a to roztokem kyseliny nebo hydroxidu. Poté je nutno povrch omýt vodou, nejlépe horkou. Poté je možno přistoupit k procesu leptání. [21]

2.1.7.5 Patentovaný postup 5

Další patentový přístup je založen na principu elektrolytického leštění. V tomto přístupu se řeší problematika měnící se viskozity leptací lázně. Viskozita leptací lázně se v průběhu času zvyšuje, což má nežádoucí vliv na povrch leštěného předmětu. Leptání a elektrolytické leštění probíhá různou rychlostí, vlivem různé koncentrace rozpuštěného hliníku v různých místech, a to má v konečném důsledku za následek zvyšování povrchové drsnosti. Z tohoto důvodu se do leptacích lázní dále přidávají peroxidy. Nejčastěji se peroxidy přidávají, pokud koncentrace rozpuštěného hliníku dosáhne 25-26 g/l lázně. Tato hodnota se však může lišit případ od případu. Při některých operacích může být tolerována i vyšší koncentrace rozpuštěného hliníku v lázni. [22]

2.1.7.6 Patentovaný postup 6

Druhým patentovým přístupem jsou elektrolytické úpravy povrchu hliníku. Tento přístup je založený pouze na použití kyseliny fosforečné. V prvním kroku je povrchu upravovaného vzorku důkladně zbaven nečistot. Předmět je nejdříve podroben klasickému leptání v 85% roztoku H_3PO_4 při teplotě $55\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 10 sekund. Poté následuje elektrolytické leštění ve stejné lázni při stejné teplotě při nastaveném napětí 18 V, po dobu 60 - 120 sekund. Mezi těmito operacemi předmět nesmí přijít do styku se vzduchem, aby nedošlo k jeho nežádoucí oxidaci. [23]

2.1.8 Vybrané literárně popsané přístupy povrchových úprav hliníku

2.1.8.1 Publikovaný postup 1

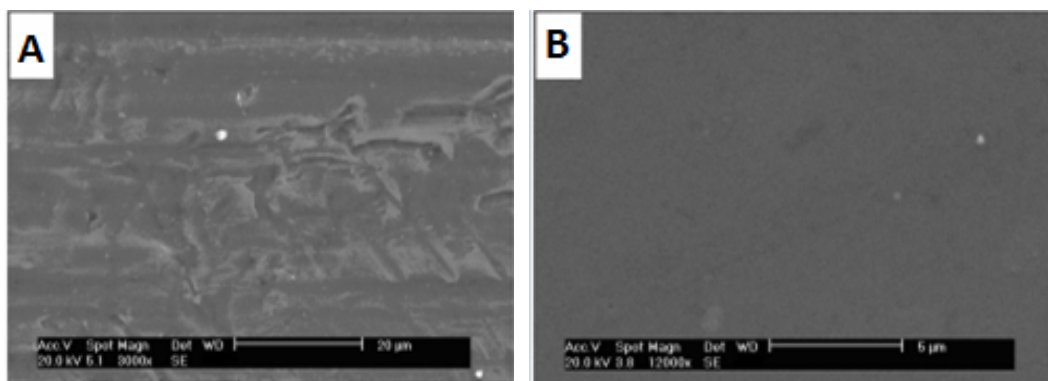
Prvním příkladem originálního přístupu, který je publikován v literatuře, je přístup založený na použití leptací směsi, obsahující kromě hlavní leptací složky (kyseliny fosforečné) další kyseliny, které buď proces leptání urychlují, nebo zpomalují (H_2CrO_4 zpomaluje proces leptání, naopak H_2SO_4 leptání urychluje). V rámci tohoto přístupu byla použita směs obsahující 4,7 % H_2SO_4 , 75 % H_3PO_4 , 6,5 % H_2CrO_4 , Al^{3+} a Cr^{3+} do 6 %. Teplota procesu byla nastavena $79\text{-}82\text{ }^\circ\text{C}$ a napětí mezi elektrodami na 10-15 V. [14]

2.1.8.2 Publikovaný postup 2

Dalším příkladem přístupu úpravy povrchové drsnosti materiál na bázi hliníku je podobný přístup, jako byl uveden v předchozím odstavci. Nicméně v tomto přístupu se mnohem podrobněji řeší přístup přípravy vzorku, a to především jeho důkladné odmaštění. K tomu účelu se zde používá trichlorethylen, poté roztok 40% HF a 60% HNO_3 . Hlavní složkou leptací lázně je opět H_3PO_4 . Zatímco přítomnost H_2SO_4 v lázni má za následek zrychlení procesu leštění, naopak H_2CrO_4 tento proces zpomaluje. Nejdůležitější je, aby zastoupení všech komponent bylo voleno tak, aby docházelo k přednostnímu odleptávání nerovností.

V publikovaném přístupu [24] roztok obsahoval 58% H_3PO_4 , 14% H_2SO_4 , 8% H_2CrO_4 , 20% vody. Proces leptání probíhá při teplotě $80\text{-}100\text{ }^\circ\text{C}$, po 2-15 min, při nastavení proudové hustoty na hodnotu $5\text{-}30\text{ A/dm}^2$. Nejlepší výsledky byly dosaženy při teplotě $92\text{ }^\circ\text{C}$, 10 minut a proudové hustotě 25 A/dm^2 .

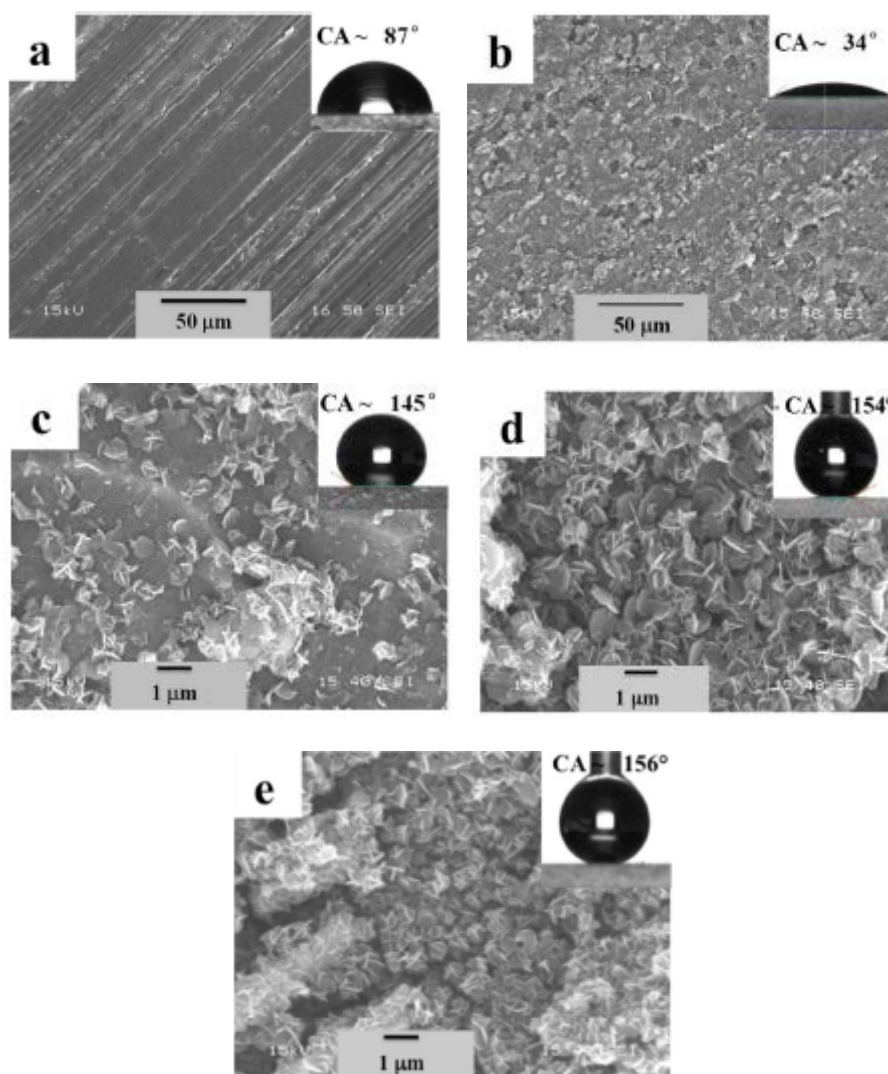
Výsledkem tohoto procesu je vysoce reflexní povrch, viz. Obr. 7. Dále se zde uvádí, že při teplotě 80 °C se na povrchu předmětu velmi rychle vytvoří tlustá ochranná vrstva, která zpomalí nebo i zastaví proces leštění. Pokud je ale teplota dostatečně vysoká, ochranná vrstva bude velmi tenká a dojde k rychlejšímu odleptávání materiálu. V takovém případě bude leptání rovnoměrné po celém povrchu předmětu. [24]



Obrázek 7 - SEM snímek přemětu A-před leštěním, B-po leštění. Povrchová drsnost klesla z 3,45 μm na 0,45 μm. [24]

2.1.8.3 Příprava superhydrofobního povrchu na bázi hliníku

Dalším příkladem publikovaného přístupu systematické úpravy povrchu hliníku je cílené zvyšování jeho povrchové mikro drsnosti. Tato úprava vede ke zvyšování jeho hydrofobity, což je vlastnost, která o povrchu materiálu říká, jak dobře je smáčen vodou nebo vodnými roztoky. Za superhydrofobní povrchy považujeme povrchy, které mají smáčecí úhel povrchu větší než 140°, to znamená, že tyto povrchy nejsou prakticky vůbec smáčeny vodou, viz. Obr. 8. Pro dosažení takovéto vlastnosti povrchu je nutné řízeně upravit topografii (strukturu) a chemické složení povrchu například pomocí fluoralkylsilanů nebo jak je ukázáno v tomto publikovaném přístupu pomocí kyseliny stearové. [25]



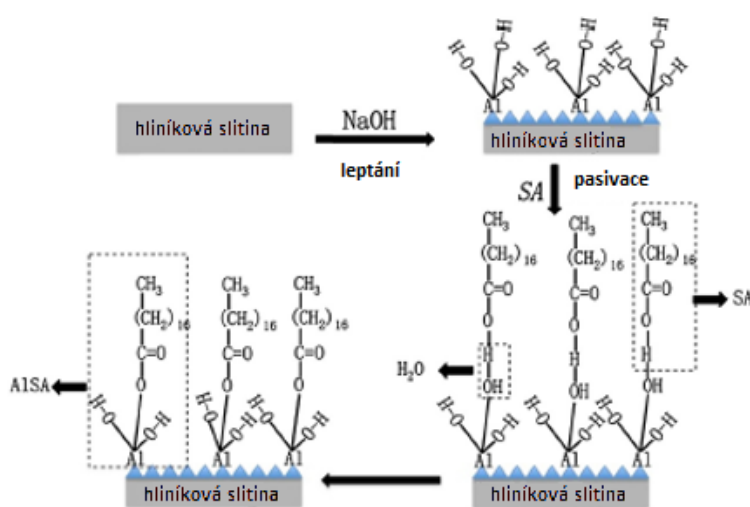
Obrázek 8 – Postup přípravy superhydrofobního povrchu na bázi hliníku. a) snímek povrchu vstupního materiálu; b) snímek povrchu materiálu po procesu leptání; c); d); e) snímky povrchu po 5 s, 1 min a 24 min pasivace. [25]

Leptání v rámci tohoto přístupu probíhalo za použití 1 M roztok NaOH (pH 14) v ultrazvukové lázni. Poté byl předmět opláchnut destilovanou vodou a sušen v sušárně při 70 °C po dobu 10 hodin. Proces pasivace probíhal při pokojové teplotě v 0,01 M roztoku kyseliny stearové v etanolu. Předmět byl podroben pasivačnímu procesu po různou dobu, od několika sekund po 1 hodinu.

Změny topografie povrchu během leptání a následné pasivace jsou patrné na Obr. 8, které byly získány pomocí elektronového mikroskopu (SEM):

Leptáním se zvýšila drsnost povrchu z původních $(0,45 \pm 0,03) \mu\text{m}$ na $(1,38 \pm 0,17) \mu\text{m}$. Kontaktní úhel se procesem leptání snížil z $(87 \pm 3)^\circ$ na $(34 \pm 4)^\circ$. Během pasivace kyselinou stearovou se postupně zvyšoval s rostoucí dobou pasivace a to z původních $(34 \pm 4)^\circ$ až na $(154 \pm 2)^\circ$. Kontaktního úhlu 156° bylo dosaženo pasivací po dobu 24 minut, poté již nárůst kontaktního úhlu nebyl tak velký.

Pokud se pro modifikaci povrchu použije pouze pasivace roztokem kyseliny stearové, bez předchozího leptání roztokem NaOH, lze dosáhnout kontaktního úhlu pouze $(110 \pm 1)^\circ$, viz. Obr. 9.



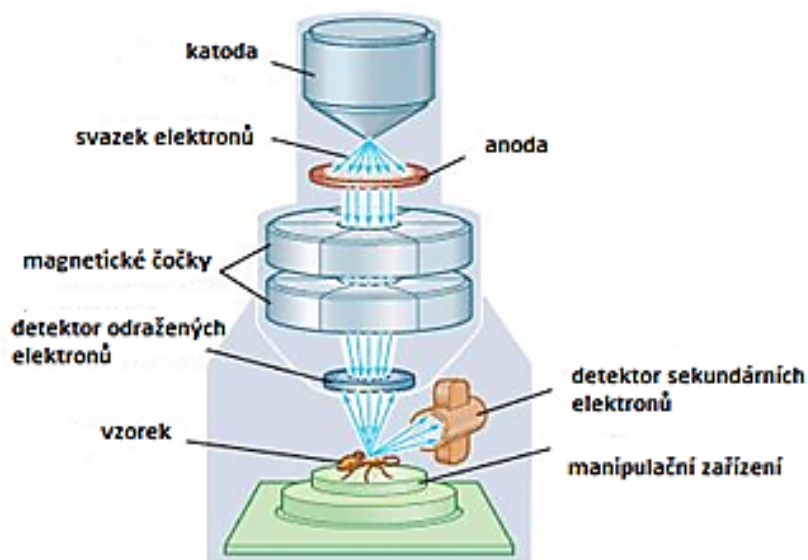
Obrázek 9 – Schéma pasivace povrchu pomocí kyseliny stearové. [25]

3 METODY CHARAKTERIZACE POVRCHU

3.1 Skenovací elektronová mikroskopie (SEM)

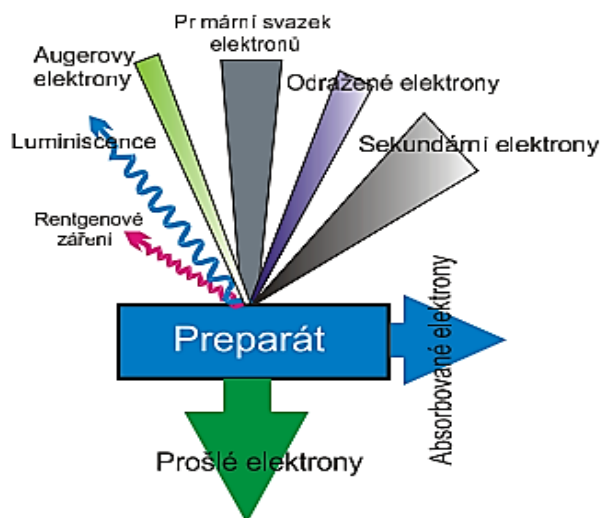
Elektronová mikroskopie je obdobou optické mikroskopie, s tím rozdílem, že se pro zobrazování zkoumaného předmětu používá svazek urychlovaných elektronů ve vakuu. Nahrazení elektromagnetického záření z viditelné oblasti svazkem urychlených elektronů umožňuje překonání difrakční podmínky, která limituje rozlišovací schopnosti klasické optické mikroskopie. U světelného mikroskopu lze tedy dosáhnout rozlišení v řádech stovek nanometrů, zatímco u elektronové mikroskopie v jednotkách nanometrů.

Elektrony jsou emitovány z katody, která může být z materiálu LaB₆ nebo například žhavené wolframového vlákna. Pro fokusaci elektronového svazku se používají elektromagnetické čočky, což jsou cívky ve tvaru solenoidu, kdy se změnou proudu ve vinutí cívky se mění její ohnisková vzdálenost, viz. Obr. 10.



Obrázek 10 - Schéma skenovacího elektronového mikroskopu. [28]

Elektrony jsou tedy emitovány z katody, následně urychleny potenciálem mezi katodou a anodou a dopadají na vzorek, se kterým interagují. Při interakci primárních elektronů se vzorkem může docházet k různým dějům, které jsou naznačeny na Obr. 11 a popsány v Tab. 1. [26]



Obrázek 11 - Znázornění interakce elektronů se zkoumaným vzorkem v SEM. [29]

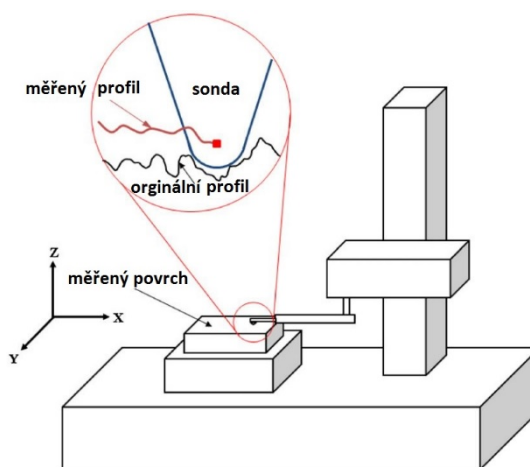
Tabulka 1 - Signály generované po prvním kontaktu primárního elektronového svazku se zkoumaným vzorkem. [26]

Signál	Energetická řada signálu	Hloubka průniku	Příklady poskytujících informací
Zpětně odražené elektrony	> 50 eV	> 100 nm	Chemické složení, povrchová topografie.
Charakteristické rentgenové záření		0,1 - 3 μm	Rentgenová spektra, kvantitativní analýza, snímky elementární analýzy.
Sekundární elektrony	0 – 50 eV	1 - 10 nm	Topografické snímky o vysokém rozlišení.
Katodoluminiscence	1 – 4 eV	20 nm	Defekty.
Augerovy elektrony	100 – 1,5 eV	< 20 Å	Povrch, kvantitativní složení a chemická analýza.

3.2 Profilometrie

Profilometrie je metodika primárně určená pro analýzu topografie povrchů. Využívá se pro určování povrchové drsnosti, vlnitosti, plochy, atd. Profilometrii rozdělujeme do dvou základních skupin na kontaktní a bezkontaktní. Rozlišovací schopnosti jednotlivých technik závisí na konstrukci jednotlivých zařízení a typu použitých sond či čoček. Běžně lze dosáhnout rozlišení v řádech jednotek nanometrů ve směru vertikální osy a desetin mikrometrů ve směru horizontálních os.

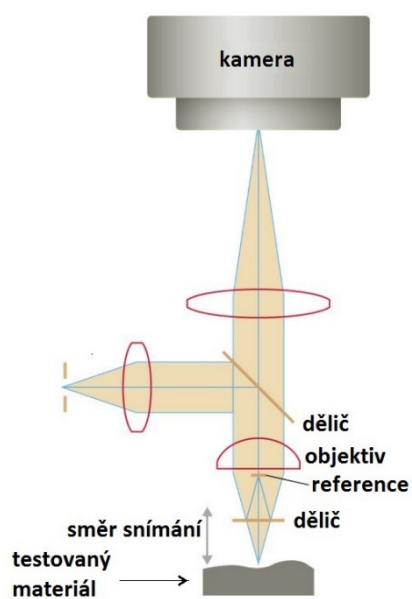
Princip optického profilometru spočívá v mapování povrchu vzorku například pomocí diamantového hrotu, který je se vzorkem v kontaktu, viz. Obr. 12. Hrot nebo vzorek se pohybuje ve směru zvolené souřadné osy a je k povrchu přitlačován silou odpovídající zatížení v rozmezí 1 až 50 mg. Aktuální poloha hrotu je následně zpětnovazebně zaznamenávána a převáděna na digitální signál, který je zpracováván pomocí softwarového rozhraní.



Obrázek 12 – Princip kontaktního profilometru. [30]

Díky přímému kontaktu hrotu se vzorkem dochází k eliminaci povrchových nečistot a jejich vlivu na výsledky měření. Negativním jevem přímého kontaktu se vzorkem může být možnost poškození povrchu měkkých vzorků.

Druhým typem profilometrické techniky je bezkontaktní profilometrie. Výhoda toho přístupu oproti kontaktní profilometrii spočívá ve skutečnosti, že žádná část tohoto optického přístroje není v přímém kontaktu se zkoumaným vzorkem. Toto zařízení pracuje na principu interference použitého viditelného světla či laserového paprsku, viz. Obr. 13.



Obrázek 13 – Princip bezkontaktní profilometrie. [31]

Mezi hlavní výhody bezkontaktní profilometrie patří její jednoduchost a v podstatě žádné omezení v měřeném rozsahu povrchových drsností.

II. PRAKTICKÁ ČÁST

4 POPIS PROVEDENÝCH EXPERIMENTŮ

4.1 Příprava hliníkových vzorků

Pro veškeré experimenty byl použit hliníkový plech tloušťky 1 mm, který byl pomocí pákových nůžek dělen na pásy šířky 2 cm a délky 10 cm. Takto připravené vzorky byly v prvním kroku broušení vybranými abrazivy či pískovány pomocí korundu, jak bude popsáno ve výsledcích této práce. Po prvotní mechanické povrchové úpravě byly vzorky dále děleny pomocí pákových nůžek na rozměry 2 x 1 cm. Velikost vzorků byla zvolena především s ohledem k limitům daným držákem vzorků pro SEM - PhenomPro.

Před jednotlivými chemickými úpravami byl každý vzorek opláchnut acetonem, etanolem, destilovanou vodou, opět etanolem a poté osušen v sušárně při teplotě 50 °C. Takto připravené vzorky byly před vlastní chemickou či elektrochemickou úpravou charakterizován vybranými technikami (SEM, profilometrie).

Chemicky upravované vzorky při vyšších teplotách byly před vlastním leptáním umístěny do sušárny tak, aby byla vykondicionovány na požadovanou teplotu.

4.2 Průběh a provedení chemických úprav – leptání, leštění

V prvním kroku byla připravena zvolená leptací lázeň, která byla následně temperována na požadovanou teplotu v sušárně po dobu 15-20 minut. Pro tyto účely byla použita sušárna značky Memmert, typ UNE 400.

V případě klasického leptání byl v druhém kroku do kádinky s leptací směsí ponořen připravený vytemperovaný vzorek a v lázni byl ponechán po příslušnou dobu. Po vyjmutí z lázně byl důkladně opláchnut demineralizovanou vodou a osušen v sušárně při teplotě 50 °C.

V případě elektrolytického leptání byla použita jednoduchá aparatura. Kde upravovaný vzorek byl zapojen jako kladná elektroda (anoda) a jako záporná elektroda (katoda) byl použit měděný plíšek o srovnatelné ploše vzhledem k upravovanému vzorku. Pro temperaci vzorků byla použita dvouplášťová nádoba napojená na oběhový termostat značky Julabo typ 13.

Veškeré leptací směsi či aparatury byly z bezpečnostních důvodů umístěny v digestoři, vyjma zdroje elektrického proudu (zdroj značky Maas HSC-3400, regulovatelný v rozsahu 0 -15 V a 0 - 40 A), který byl opět z bezpečnostních důvodů umístěn mimo digestoř. Po

provedení elektrolytické úpravy byl vzorek taktéž důkladně opláchnut demineralizovanou vodou a osušen v sušárně.

Připravené vzorky byly skladovány v LD-PE sáčcích v exikátoru. Veškeré experimenty byly minimálně třikrát opakovány pro zajištění reprodukovatelnosti získaných dat.

4.3 Použité chemické látky

Pro provedení veškerých experimentů byly použity následující chemické látky zakoupené od společnosti Sigma-Aldrich nebo lokálního dodavatele laboratorní chemie firmy IPL-Uherský Brod:

- Kyselina fosforečná p.a. (koncentrovaná 85%)
- Kyselina dusičná p.a. (koncentrovaná 65%)
- Kyselina sírová p.a. (koncentrovaná 96%)
- Kyselina chlorovodíková p.a. (koncentrovaná 37%)
- Kyselina octová p.a. (koncentrovaná 96%)
- NaOH p.a.
- Metanol p.a.
- Dusitan sodný p.a.
- Dusičnan sodný p.a.
- Síran měďnatý pentahydrát
- Sorbitol

Pro ředění roztoků a oplach vzorků byla použita deionizovaná voda s vodivostí $18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ při 25°C .

5 SPECIFIKACE POUŽITÝCH PŘÍSTROJŮ PRO CHARAKTERIZACI POVRCHU

Připravené povrchy byly charakterizovány především z hlediska změn jejich topografie pomocí skenovací elektronové mikroskopie, kontaktní a bezkontaktní profilometrie.

5.1 Skenovací elektronový mikroskop

Pro charakterizaci změn povrchové topografie upravovaných vzorků hliníku byl použit stolní skenovací elektronový mikroskop Phenom Pro, viz. Obr. 14, a software ProSuite pro případnou 3D rekonstrukci povrchového reliéfu.



Obrázek 14 – Použitý skenovací elektronový mikroskop Phenom Pro.

Tento mikroskop se vyznačuje následujícími parametry, termoionický zdrojem elektronů s dlouhou životností (CeB_6), možností práce při urychlovacím napětí: 5-15 kV, optickým zvětšením v náhledovém režimu 20-120 x, zvětšením v elektronovém módu 80-45000 x, maximálním rozlišením 12 nm, možností práce za sníženého vakua. Do tohoto zařízení lze umístit vzorky průměru 32 mm s maximální výškou 100mm.

Charakterizované vzorky byly zobrazovány bez předešlého pokovení, a to vzhledem k jejich vodivému charakteru. Zobrazování probíhalo za hlubokého vakua při urychlovacím napětí 15 keV. Vzorky byly zobrazovány při zvětšení 1000x a 2000x. Zobrazování povrchu probíhalo pomocí zpětně odražených elektronů.

Mimo to byl použit elektronový mikroskop FEI Nova NanoSEM 450, umožňující EDAX analýzu prvkového složení povrchu s rozlišením 0,1 μm .

5.2 Kontaktní profilometr

Pro měření povrchové drsnosti byl využit mechanický (kontaktní) profilometr Dektak XT od společnosti Bruker, viz. Obr. 15. Použité zařízení bylo vybaveno diamantovým hrotem o poloměru křivosti 2,5 μ m. Pro měření byla použita přitlačná síla 5 mg a měření probíhaly po dráze 5 mm. Ze získaných dat byl vyhodnocován profil povrch a parametry změn povrchové drsnosti.



Obrázek 15 – Použitý profilometr DektaXT od společnosti Bruker.

5.3 Bezkontaktní profilometr

Pro měření povrchové drsnosti a vytvoření 3D obrazu povrchu byl využit optický (bezkontaktní) profilometr Contour GT-K od společnosti Bruker, viz. Obr. 16. Měření probíhala pomocí objektivu se zvětšením 2,5x s použitím bílého světla, byly měřeny plochy o rozměru 1,90 x 2,50 mm.



Obrázek 16 – Použitý bezkontaktní profilometr Contour GT od společnosti Bruker.

6 VÝSLEDKY A DISKUZE

Výsledky této práce jsou pro přehlednost členěny podle srovnávaných procesních parametrů, jako typ použitého leptacího činidla, teplota procesu, čas, následnost jednotlivých kroků, atd.

V první části je charakterizován výchozí materiál (před upravený povrch hliníku), který byl podroben následným povrchovým úpravám.

6.1 Charakterizace výchozího materiálu

Jako výchozí materiál byla využita slitina hliníku o složení 98,6 % Al; 1,6 % Mg a 0,5% Fe.. Toto složení se nepodařilo potvrdit na základě prvkové analýzy provedené pomocí SEM-EDAX, viz. Obr. 17.



Obrázek 17 – Prvkové složení použitého materiálu určené pomocí SEM-EDAX analýzy na Elektronovém mikroskopu FEI Nova NanoSEM 450.

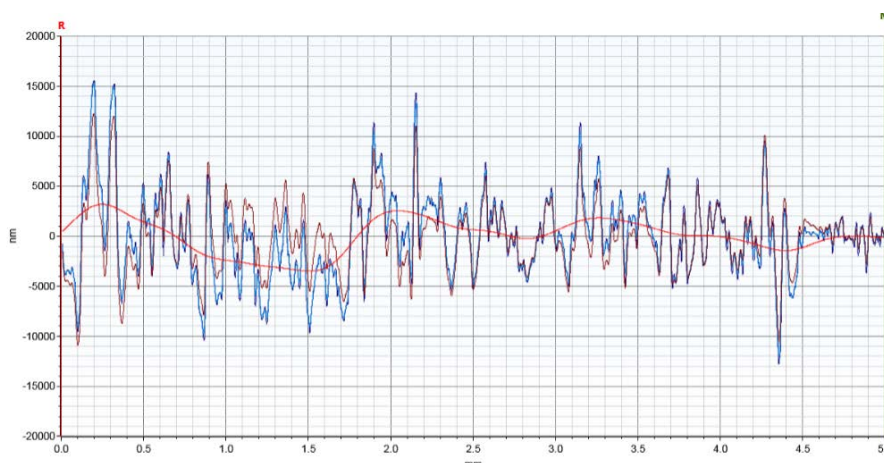
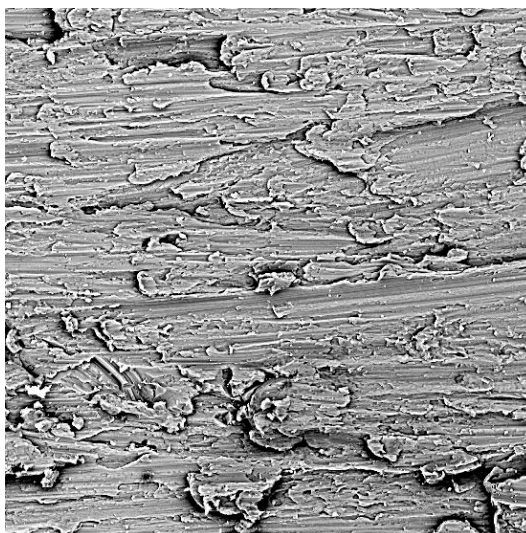
Tabulka 2 – Prvkové složení použitého materiálu stanovené pomocí EDXRF.

prvky	zastoupení [%]
Al	96,800 ± 0,080
Mg	1,630 ± 0,110
Fe	0,474 ± 0,026
Ti	0,023 ± 0,001
Ga	0,020 ± 0,001

Vzhledem ke skutečnosti, že SEM-EDAX analýza neidentifikovala žádné příměsi v hliníku, byla použita přesnější EDXRF technika. Jejíž výsledky jsou shrnuty v Tabulce 2. EDXRF (Energy Dispersive XRF Spectroscopy) je analytická metoda, kterou je možnost stanovit

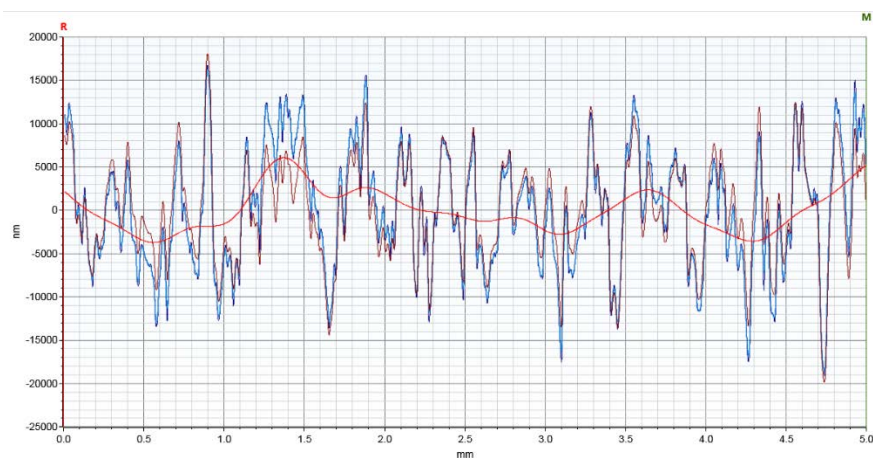
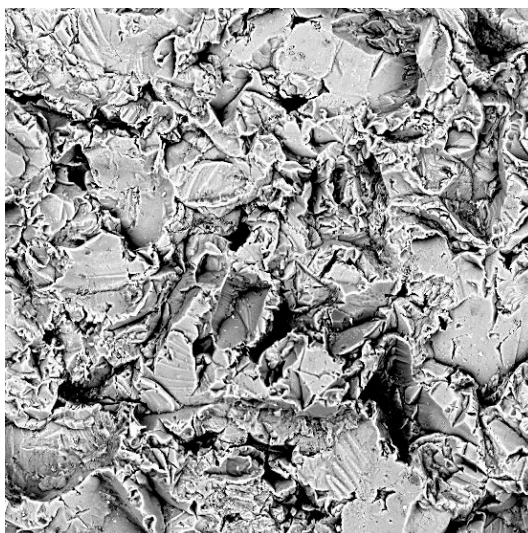
složení mnoha typů materiálů. Díky ní lze velmi přesně určit prvkové složení vzorku (kvalitativní analýza) a i zastoupení jednotlivých prvků (kvantitativní analýza).

Takto identifikovaný materiál byl podroben dvěma rozdílným mechanickým povrchovým úpravám, před následným vystavením účinkům leptacích lázní. Tyto úpravy byly voleny záměrně tak, aby simulovaly hrubý povrch získaný běžnými technologickými postupy. První část vzorků hliníku byla broušena brusným papírem s označením 180. Toto označení uvádí průměrný počet zrn na 2,5 cm délky. To znamená, čím menší číslo, tím můžeme očekávat větší velikost použitého brusiva. Vzhled takto upraveného materiálu, spolu s jeho povrchovým reliéfem je uveden na Obr. 18. Z analýzy povrchového reliéfu bylo zjištěno, že povrch hliníku po této úpravě vykazuje povrchovou drsnost $R_a = (2,6 \pm 0,03) \mu\text{m}$.



Obrázek 18 – Vzhled povrchu broušeného povrchu hliníku brusným papírem s označení 180. Nahoře obrázek ze SEM, rozměr vyobrazené plochy $268 \times 268 \mu\text{m}$. Dole profil povrchu pořízený pomocí kontaktního profilometru.

Druhá část vzorku hliníku byla pískována pomocí korundu (Al_2O_3) se zrnitostí $90\ \mu\text{m}$. Vzhled takto upraveného povrchu spolu s jeho profilem je vyobrazen na Obr. 19. Z analýzy povrchového reliéfu bylo zjištěno, že povrch hliníku po této úpravě vykazuje povrchovou drsnost $R_a = (4,69 \pm 0,07)\ \mu\text{m}$.



Obrázek 19 – Vzhled korundem pískovaného povrchu hliníku. Nahoře obrázek ze SEM, rozměr vyobrazené plochy $268 \times 268\ \mu\text{m}$. Dole profil povrchu pořízený pomocí kontaktního profilometru.

6.2 Vliv leptacích lázní na výsledný vzhled povrchu

V první části diskuze experimentálních výsledků bude věnována pozornost nejzásadnější proměnné, kterou je kompozice leptacího roztoku použitého pro úpravu povrchové topografie hliníku. Níže diskutované výsledky úzce souvisí s dalšími dále diskutovanými proměnnými, které mají rovněž významný vliv na průběh procesu odleptávání povrchu hliníku, a to je zejména čas a teplota. Níže uvedené srovnání pro rozdílné leptací směsi bylo zvoleno na základě porovnání širokého spektra výsledků tak, aby měly co největší vypovídací schopnost. To znamená, že byl vybrán příklad výsledků pro jednu teplotu a čas leptání.

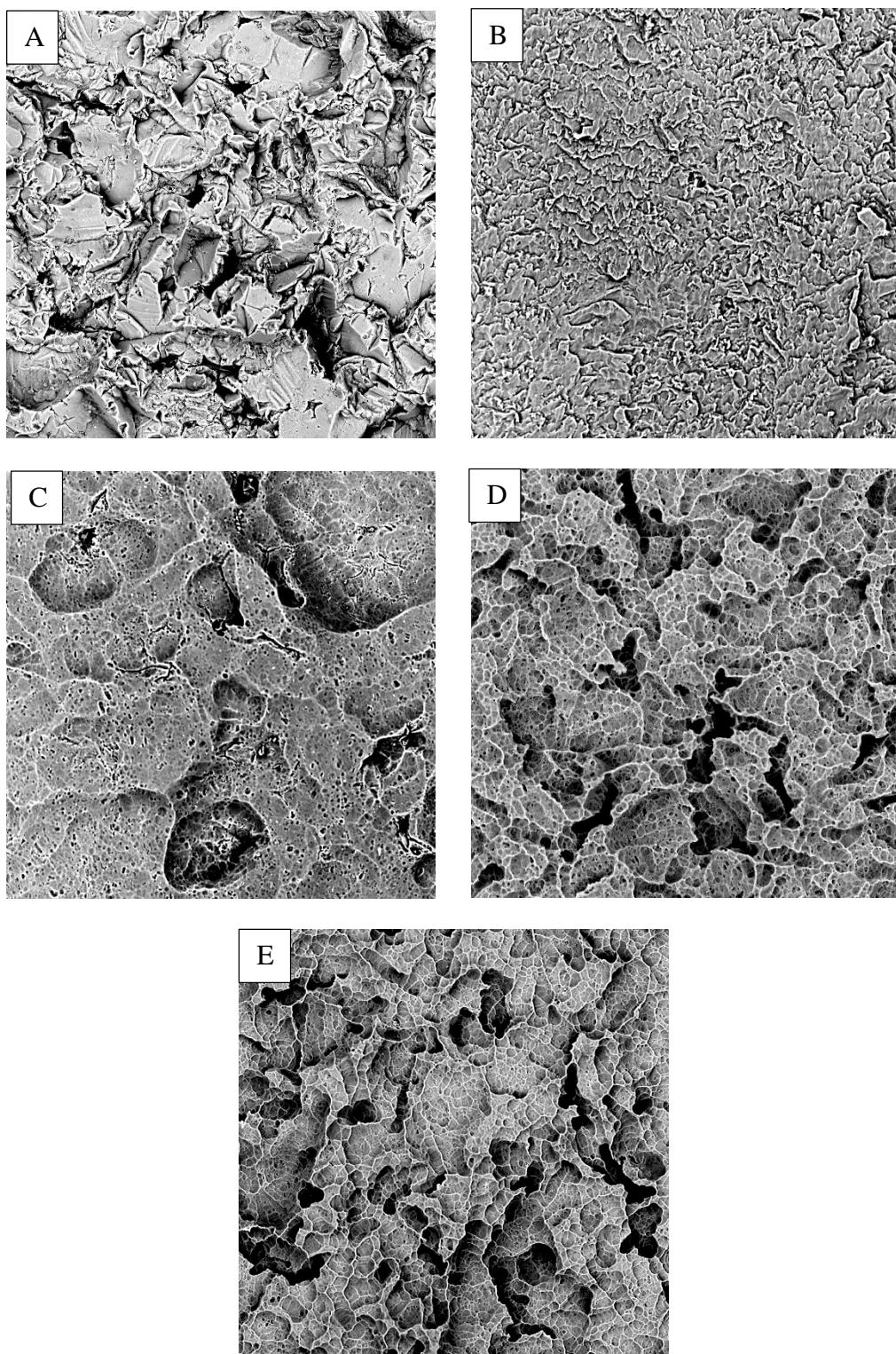
Procesní parametry úpravy povrchu vzorku jsou shrnuty v tabulce 3 a 4. Jednalo se o dvou krokový proces, kde v prvním kroku byl každý z vzorků vystaven pouze účinku roztoku NaOH, aby došlo k důkladnému odmaštění povrchu vzorku a jeho předleptání. Vliv následnosti jednotlivých kroků leptání bude samostatně diskutován v poslední podkapitole.

Tabulka 3 – Procesní parametry prvotní úpravy jednotlivých vzorků, uvedených na Obr. 20. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 20.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]
A	původní vzorek (pískováno korundem)		
B	30 hm. % NaOH v H ₂ O	25	5
C		25	5
D		25	5
E		25	5

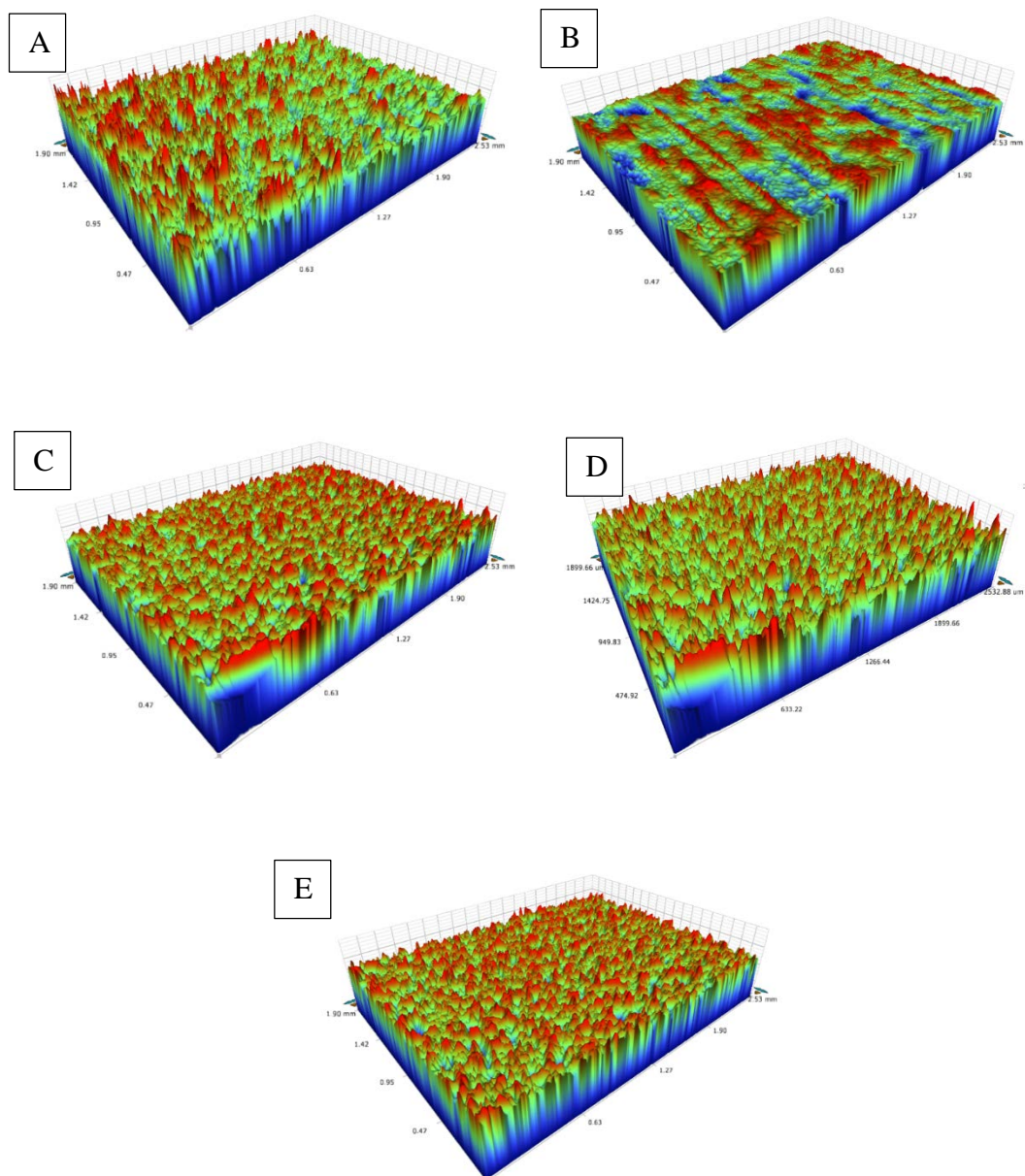
Tabulka 4 – Procesní parametry následné úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 20. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 20.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,72 ± 0,12	1,073 ± 0,006
B	10 ml CH ₃ OH 10 ml HCl 10 ml HNO ₃	80	3	1,55 ± 0,06	0,694 ± 0,002
C	70 ml H ₃ PO ₄ 20 ml H ₂ SO ₄ 10 ml HNO ₃	80	3	2,26 ± 0,05	1,015 ± 0,002
D	12 ml H ₂ O 10 ml HNO ₃ 8 ml H ₃ PO ₄	80	3	3,75 ± 0,07	1,046 ± 0,003
E	10 ml H ₂ O 9,8 ml HNO ₃ 7,8 ml H ₃ PO ₄ 6 ml H ₂ SO ₄ 4 g NaNO ₃	80	3	3,68 ± 0,06	1,053 ± 0,005



Obrázek 20 – Porovnání vzhledu povrchu Al, lišících se použitou leptací lázní při dvoukrokovém procesu leptání. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 3 a 4

Z výsledků uvedených na Obr. 20 a v tabulkách 3 a 4 lze pozorovat, jak zásadní vliv má složení sekundárních leptacích lázní definovaných v tabulce 4. Jednotlivé vzorky se liší jak svým charakteristickým vzhledem, tak parametry povrchové drsnosti. Nicméně lze konstatovat, že u všech srovnávaných vzorků došlo k poklesu hodnoty povrchové drsnosti vzhledem k výchozímu materiálu, který byl pro tyto účely použit, viz. Obr. 20A (pískovaný povrch hliníku s $R_a = (4,69 \pm 0,02) \mu\text{m}$).



Obrázek 21 – Porovnání 3D topografie, upravovaných vzorků Al, lišících se použitou leptací lázní. Plošný rozměr vyobrazené zobrazených vzorků je 1,90 x 2,50 mm. Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 3.

Mimo tato měření byly porovnávány vzorky podrobeny měření plošné drsnosti pomocí bezkontaktního profilometru. Výsledky z těchto měření v podobě 3D rekonstrukce povrchu jednotlivých vzorků jsou uvedeny na Obr. 21 a v tabulce 5. Z těchto výsledků plyne, že plošná drnosta jednotlivých vzorků systematicky odpovídá drsnosti stanovené z měření pomocí kontaktního profilometru, viz. tabulka 4, který v dostupném uspořádání měří pouze v jedné souřadné ose, jednu linii. Z toho tohoto důvodu byly všechny níže srovnávané vzorky měřeny pouze pomocí kontaktního profilometru.

Tabulka 5 – Srovnání parametrů plošné drsnosti vzorků porovnávaných na obr. 20 a 21. Popis procesu úpravy povrchu vzorků odpovídá datům uvedeným uvedeným v tabulce 3 a 4. Hodnoty byly stanoveny z analýzy dat získaných pomocí bezkontaktního profilometru.

vzorek	Sa [μm]
A	6,88
B	2,39
C	3,12
D	4,58
E	4,74

Ze všech výše srovnávaných dat plyne jeden zásadní závěr, který koresponduje s poznatkami uvedenými v literatuře, a to že kyselina dušičná má zásadní vliv na redukci povrchové drsnosti, a to v důsledku tvorby povrchově oxidované vrstvy, která se následně přednostně odleptává na vyvýšených místech povrchového reliéfu. Dále zde pozorovat, že přídavek alkoholu do leptací směsi zvyšuje efektivitu redukce povrchové drsnosti. Zatímco přídavek vody do směsi má opačný vliv.

7 VLIV PODMÍNEK LEPTÁNÍ NA VÝSLEDNOU PODOBU POVRCHU

V následující části bude diskutován vliv jednotlivých procesních podmínek na vzhled výsledného povrchu vzorků. Mezi klíčové procesní podmínky patří čas leptání, teplota leptání, vliv koncentrace jednotlivých složek v lázni, dále případné zapojení stejnosměrného proudu a jeho velikosti. Všechny zmíněné proměnné musí být nastaveny s ohledem na to, jaký typ povrchu požadujeme.

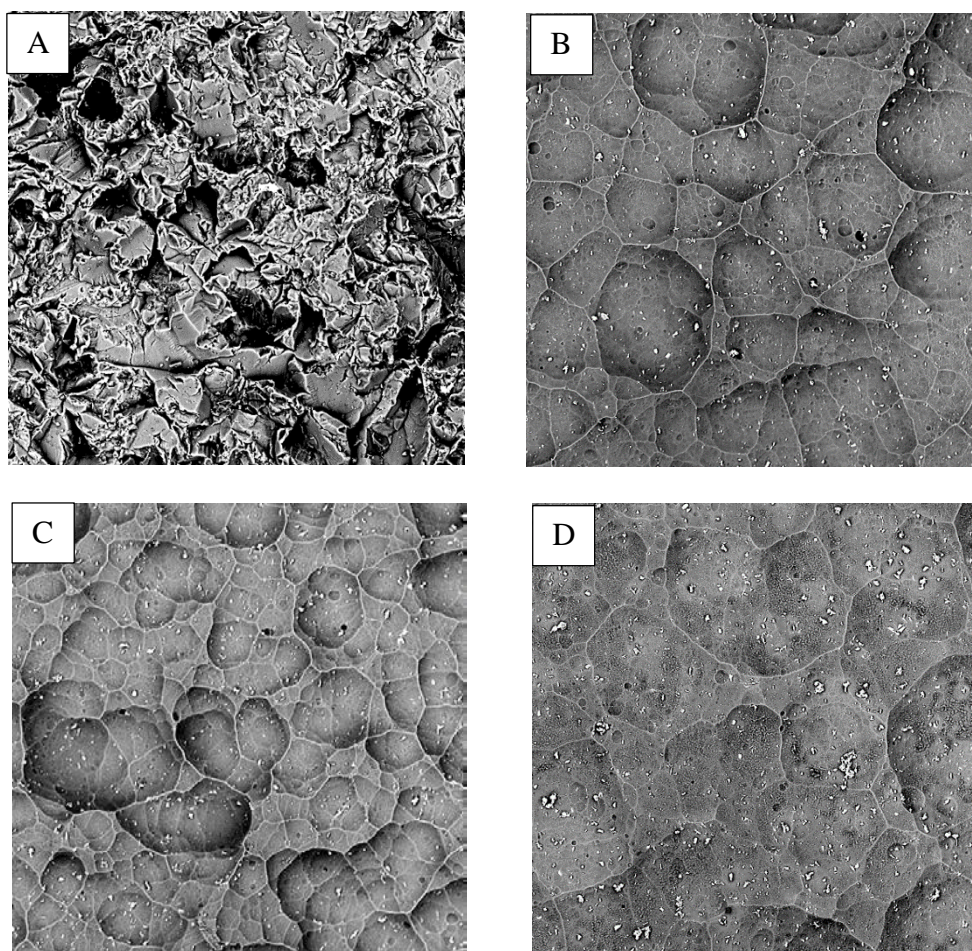
7.1 Vliv času leptání

Vliv času leptání patří mezi klíčové proměnné procesu leptání. S rostoucí dobou leptání jednak klesá tloušťka leptaného materiálu, viz. srovnání tloušťky jednotlivých vzorků v níže uvedených tabulkách. A rovněž se mění vzhled povrchového reliéfu upravovaných vzorků.

První příklad vlivu času leptání na změnu povrchového reliéfu Al je uveden na obr. 22 a tabulce 6. Z porovnání těchto obrázků je patrné, jak zásadní vliv má 2 minutová změna času na vývoj povrchové drsnosti a vzhledu povrchového reliéfu. V případě této leptací směsi dochází k systematické redukci povrchové drsnosti vzorku.

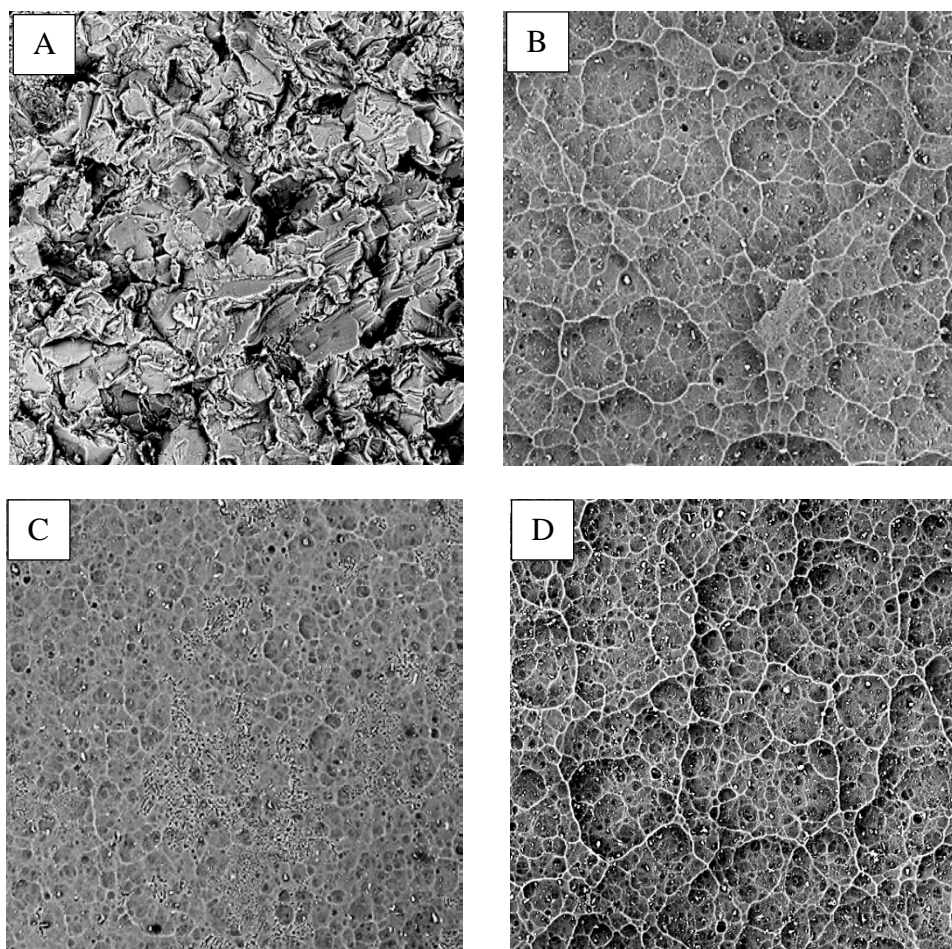
Tabulka 6 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 20. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 22

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,73 ± 0,09	1,085 ± 0,006
B	29,4 g/l NaOH 0,6 g/l sorbitol	80	2	3,22 ± 0,07	1,060 ± 0,006
C		80	4	3,94 ± 0,11	1,022 ± 0,005
D		80	6	2,55 ± 0,06	0,930 ± 0,003



Obrázek 22 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 2 min, (C) leptáno po dobu 4 min, (D) leptáno po dobu 6 min, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 6.

Druhý příklad vlivu času leptání je uveden na Obr. 23 a tabulce 7. Z porovnání těchto dat s výsledky na Obr. 22 a tabulce 6 jasně plyne, že u jiné leptací směsi nemusí platit fakt, že s rostoucí dobou leptání klesá hodnota povrchové drsnosti. Ba naopak zde pozorujeme mezní čas, při kterém je hodnota povrchové drsnosti hliníku nejnižší a po jejím překročení dochází k opětovnému nárůstu tohoto parametru, zatímco neustále klesá celková tloušťka materiálu.



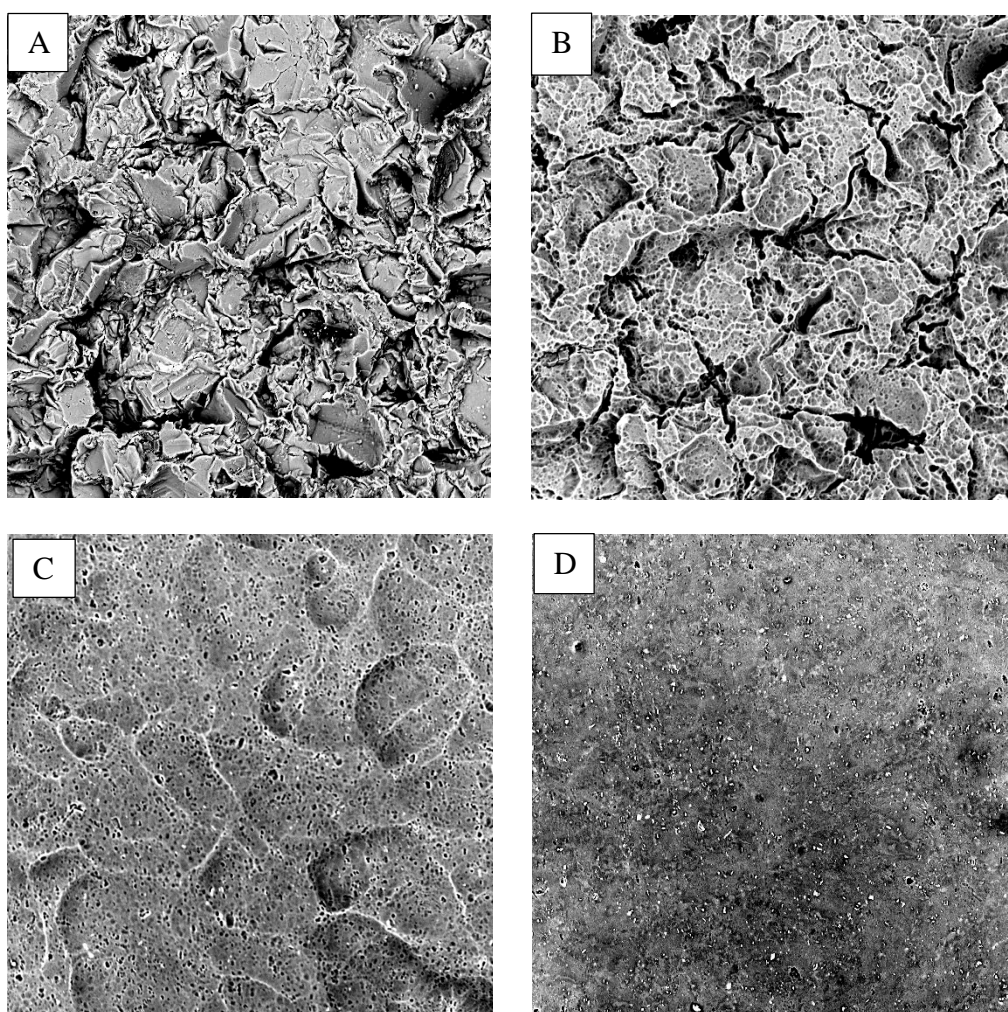
Obrázek 23 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 2 min, (C) leptáno po dobu 4 min, (D) leptáno po dobu 6 min, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 7.

Tabulka 7 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 23. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 23.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,69 ± 0,08	1,084 ± 0,004
B	29,4 g/l NaOH 45g/l NaNO ₂ 5 g/l NaNO ₃	80	2	1,67 ± 0,07	1,004 ± 0,005
C		80	4	1,38 ± 0,04	0,904 ± 0,002
D		80	6	1,79 ± 0,09	0,741 ± 0,004

7.2 Vliv teploty leptání

Z literatury je známo, viz. teoretická část práce, že teplota procesu leptání a elektrolytického leštění má zásadní vliv na míru redukce povrchové drsnosti. Je známo, že pro dosažení co nejnižší hodnoty povrchové drsnosti, je třeba volit dostatečně vysoké teploty procesu leptání, tj. teploty nad cca 70°C v závislosti na složení leptací směsi. Vyšší teplota jednak urychluje proces leptání a redukuje povrchovou drsnost, nicméně při nižší teplotě lze generovat specifické povrchové reliéfy, jak bude diskutováno níže.



Obrázek 24 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 50 °C, (C) leptáno při 80°C, (D) leptáno při 100 °C, ostatní parametry totožné. Snímky pořizené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 8.

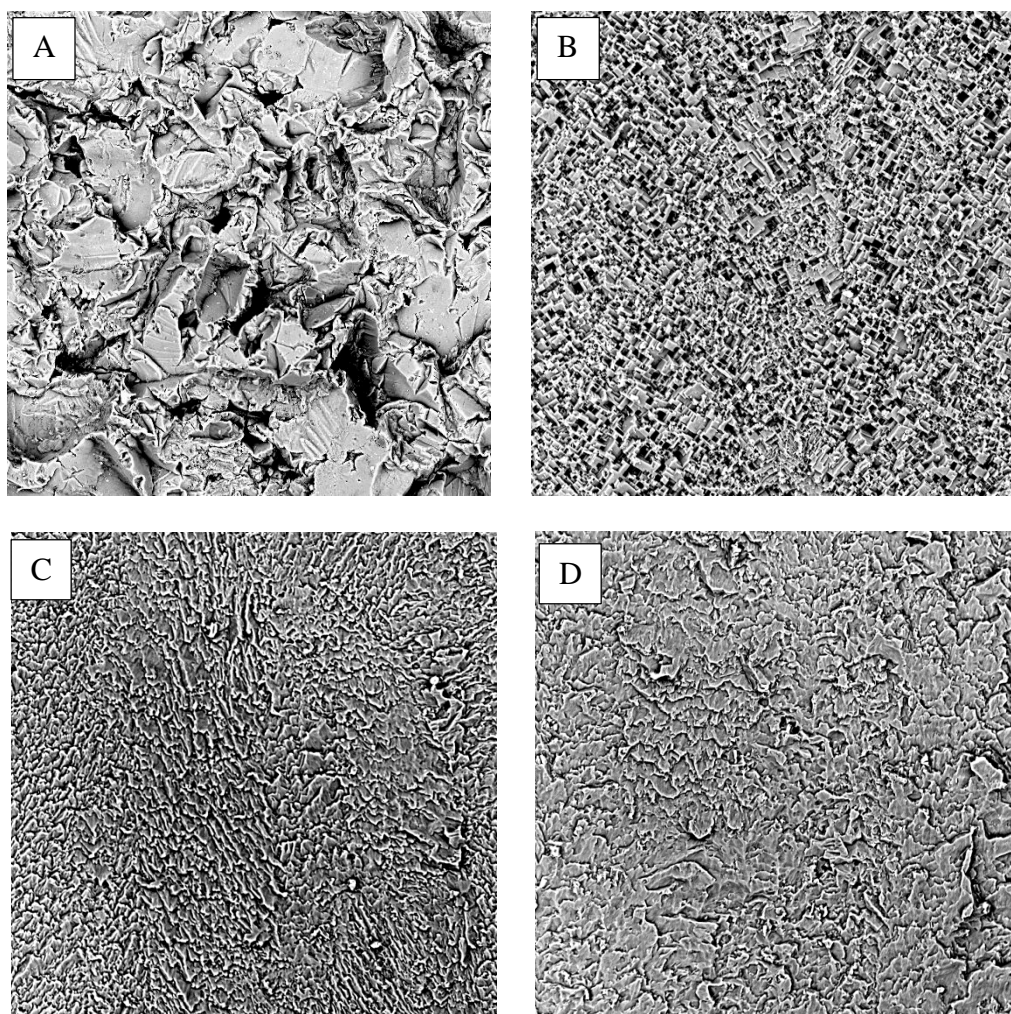
Tabulka 8 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 24. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 24.

Vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,70 ± 0,10	1,088 ± 0,003
B	70 % H ₃ PO ₄ 20 % H ₂ SO ₄ 10 % HNO ₃	50	5	3,50 ± 0,06	1,048 ± 0,004
C		80	5	2,21 ± 0,08	1,015 ± 0,003
D		100	5	1,79 ± 0,04	0,960 ± 0,002

Z výsledků uvedených na Obr. 24 a tabulce 8 plyne, že pro daný typ leptací směsi roste s teplotou jak rychlost odleptávání hliníku, tak zároveň přímo úměrně klesá povrchová drsnost povrchu. Zatímco u druhého srovnávaného vzorku, který byl připravován pomocí diametrálně odlišné leptací směsi, bylo dosaženo nejvyšší redukce povrchové drsnosti při střední teplotě, viz. data uvedená na Obr. 25 a tabulce 9. Nutno poznamenat, že tuto druhou leptací směs bylo možné temperovat pouze na maximální teplotu 70 °C, a to z bezpečnostních důvodů. Při přesáhnutí této teploty docházelo k varu (vyvření) této směsi.

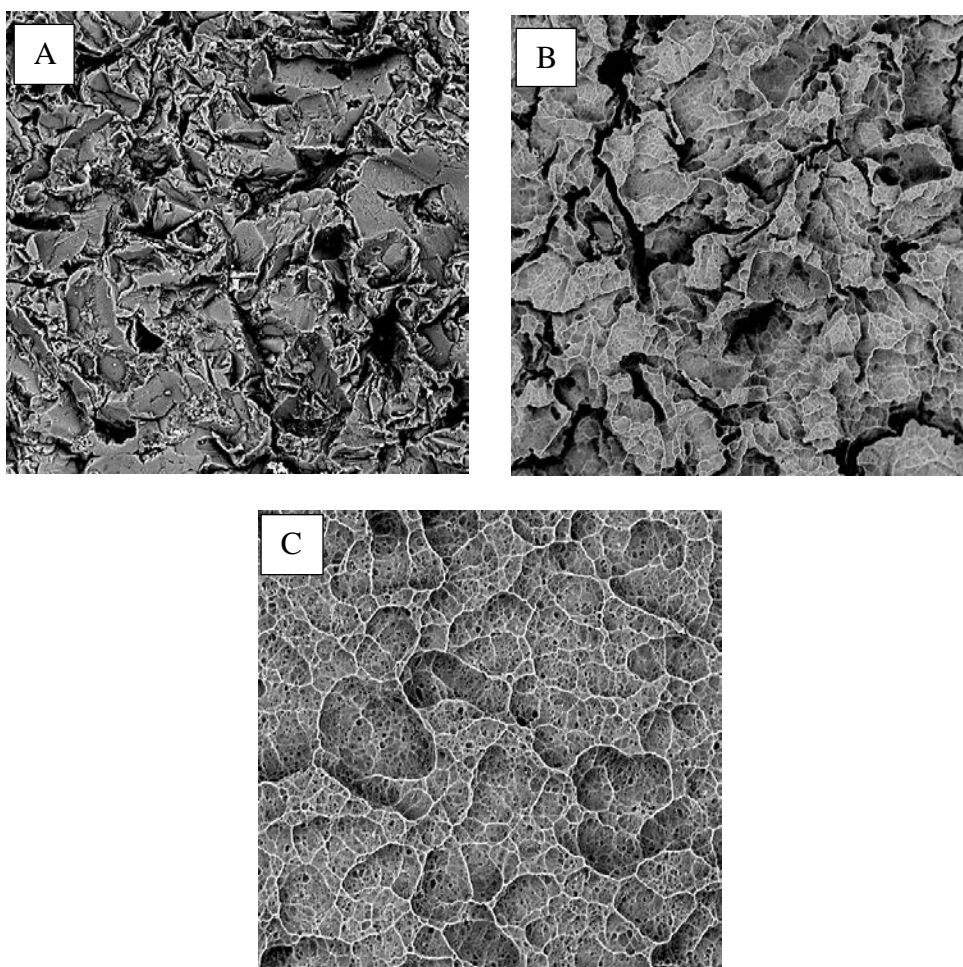
Tabulka 9 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 25. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 25.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,70 ± 0,08	1,089 ± 0,002
B	10 ml metanol 10 ml HNO ₃ 1 ml HCl	25	3	2,48 ± 0,04	1,017 ± 0,006
C		50	3	1,05 ± 0,03	0,696 ± 0,006
D		70	3	1,58 ± 0,06	0,658 ± 0,005



Obrázek 25 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 25 °C, (C) leptáno při 50°C, (D) leptáno při 70 °C, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 9.

Poslední srovnání uvedené na Obr. 26 a 27 a tabulce 10 ukazuje, že u jiného typu leptací směsi, má zvláště při vyšších teplotách relativně malá změna (10°C) tohoto parametru významný vliv opět na redukci parametru drsnosti za vzniku povrchového zvrásnění vyznačujícího sekundárními mikroprohlubnění uvnitř vyleptáných „údolí“.



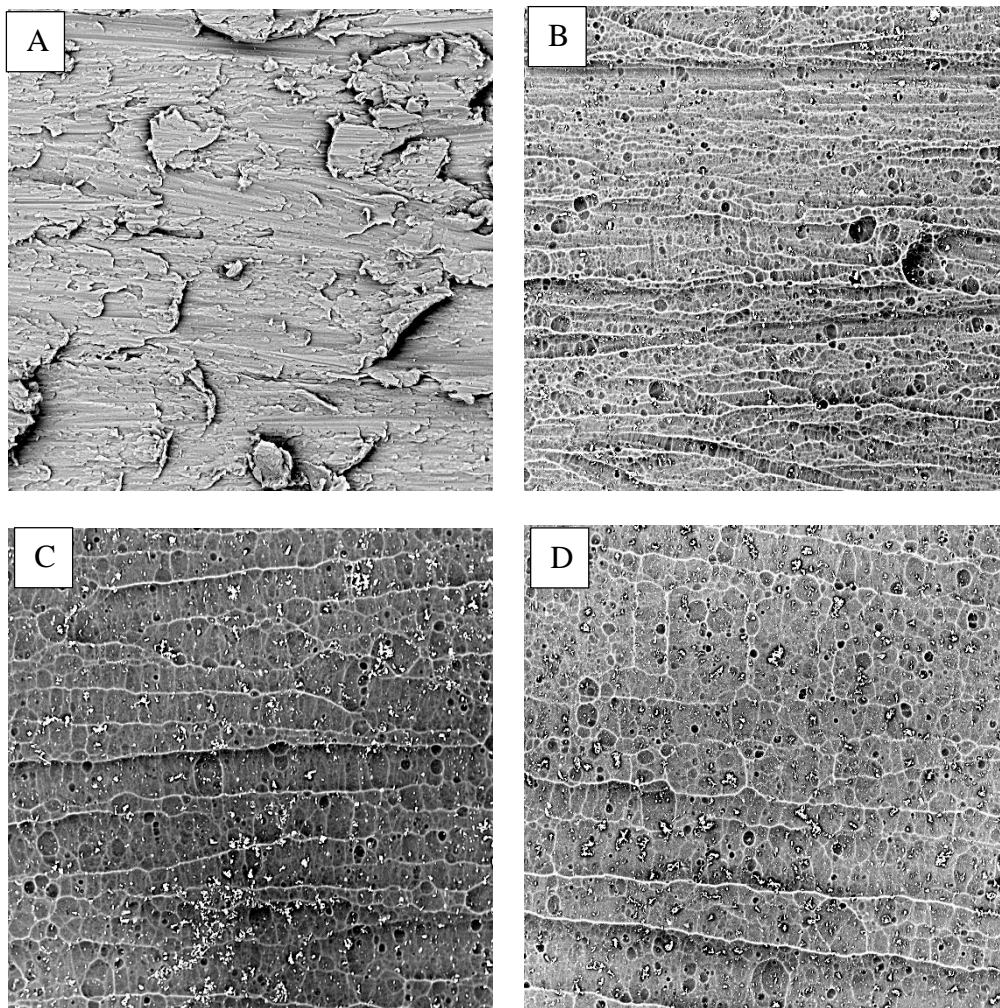
Obrázek 26 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 80 °C, (C) leptáno při 90°C, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 10.

Tabulka 10 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 26. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 26.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,68 ± 0,09	1,088 ± 0,002
B	7,8 ml H ₃ PO ₄ 9,8 ml HNO ₃ 6 ml H ₂ SO ₄	80	2	4,07 ± 0,05	1,061 ± 0,006
C	10 ml H ₂ O 4 g NaNO ₃	90	2	3,43 ± 0,08	1,021 ± 0,004

7.3 Vliv koncentrace jednotlivých složek

Neméně důležitou proměnou, která má vliv na rychlost leptání povrchu a vzhled vznikajícího povrchového reliéfu, je koncentrace jednotlivých složek v použité leptací směsi. Vliv této proměnné bude demonstrován na několika vybraných příkladech.



Obrázek 27 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno v 1 hm.% NaOH, (C) leptáno v 15 hm.% NaOH, (D) leptáno v 30 hm.% NaOH, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 11.

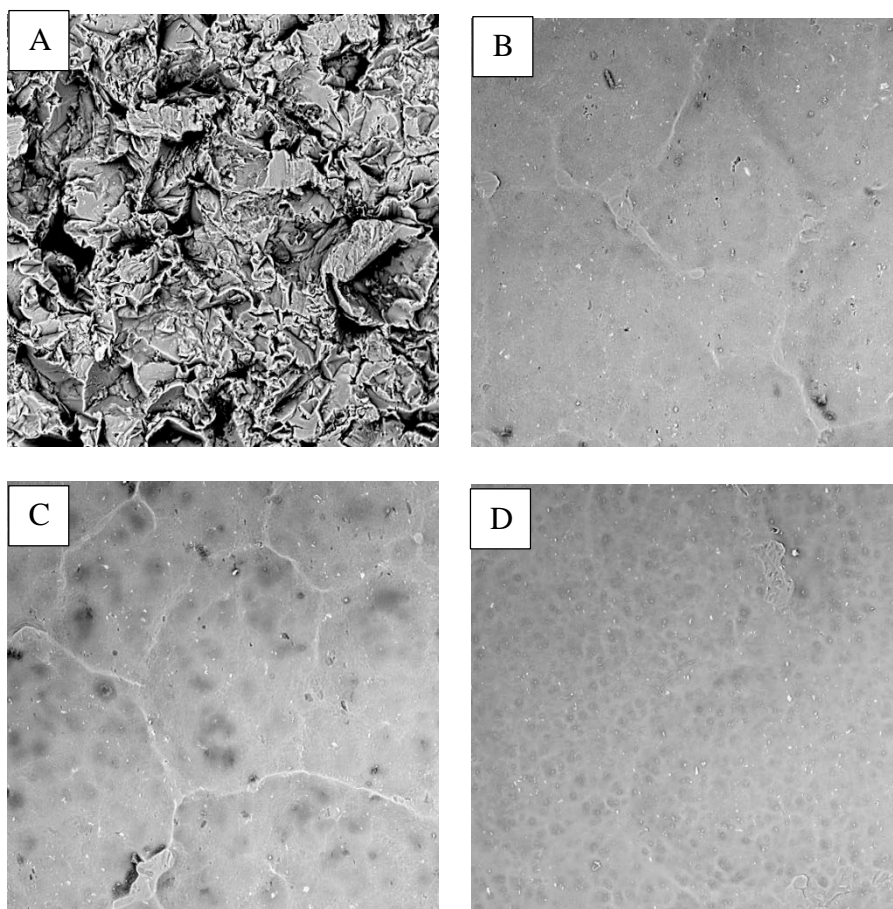
V prvním případě je tento vliv demonstrován na vzorcích, které byly leptány ve vodných roztocích NaOH. V rámci těchto experimentů byl výchozí povrch broušen smirkovým papírem o hrubosti 180. Výsledky tohoto experimentu jsou uvedeny na Obr. 28 a tabulce 11. Z porovnání těchto obrázků a dat uvedených v tabulce 11 plyne, že za daných podmínek

nízká koncentrace NaOH v roztoku nejefektivněji redukuje povrchovou drsnost broušeného povrchu hliníku. Tato skutečnost je nejpravděpodobněji způsobena přednostním odleptáním povrchových nerovností a nedostatečnou silou leptací lázně pro generaci sekundárních prohlubní jako v případě roztoků s obsahem 15% nebo 30% NaOH. Toto tvrzení rovněž podporují naměřené změny celkové tloušťky leptaného materiálu, viz. tabulka 11.

Tabulka 11 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 27. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 27.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (broušeno smirkovým papírem o hrubosti 180)			2,59 ± 0,02	1,079 ± 0,002
B	1 hm.% NaOH	50	5	1,02 ± 0,03	1,042 ± 0,005
C	15 hm.% NaOH	50	5	1,50 ± 0,04	0,972 ± 0,002
D	30 hm.% NaOH	50	5	1,45 ± 0,02	0,989 ± 0,003

Druhý příklad vlivu změny koncentrace složek v leptací směsi je uveden na Obr. 28 a tabulce 12. V tomto případě se mění koncentrace kyseliny fosforečné a vody v leptací lázni, při zachování jinak totožných procesních podmínek. Z uvedených výsledků měření v tabulce 12 je patrné, že se zvyšující se koncentrací kyseliny fosforečné klesá jednak tloušťka vzorku a povrchová drsnost. S poklesem povrchové drsnosti rovněž souvisí vyhlazování povrchu vzorků, jak je patrné z Obr. 28.



Obrázek 28 – Porovnání vzhledu povrchu Al, kde se měnila koncentrace jedné složky a vody (A) výchozí povrch, (B) 75 % H_3PO_4 , (C) 80 % H_3PO_4 , (D) 82 % H_3PO_4 . Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 12.

Tabulka 12 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků a změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 28. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 28.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,72 ± 0,02	1,079 ± 0,002
B	75 % H_3PO_4 22 % H_2O 3 % HNO_3	100	10	3,09 ± 0,04	1,042 ± 0,002
C	80 % H_3PO_4 17 % H_2O 3 % HNO_3	100	10	3,01 ± 0,05	0,972 ± 0,002
D	82 % H_3PO_4 15 % H_2O 3 % HNO_3	100	10	2,98 ± 0,05	0,969 ± 0,003

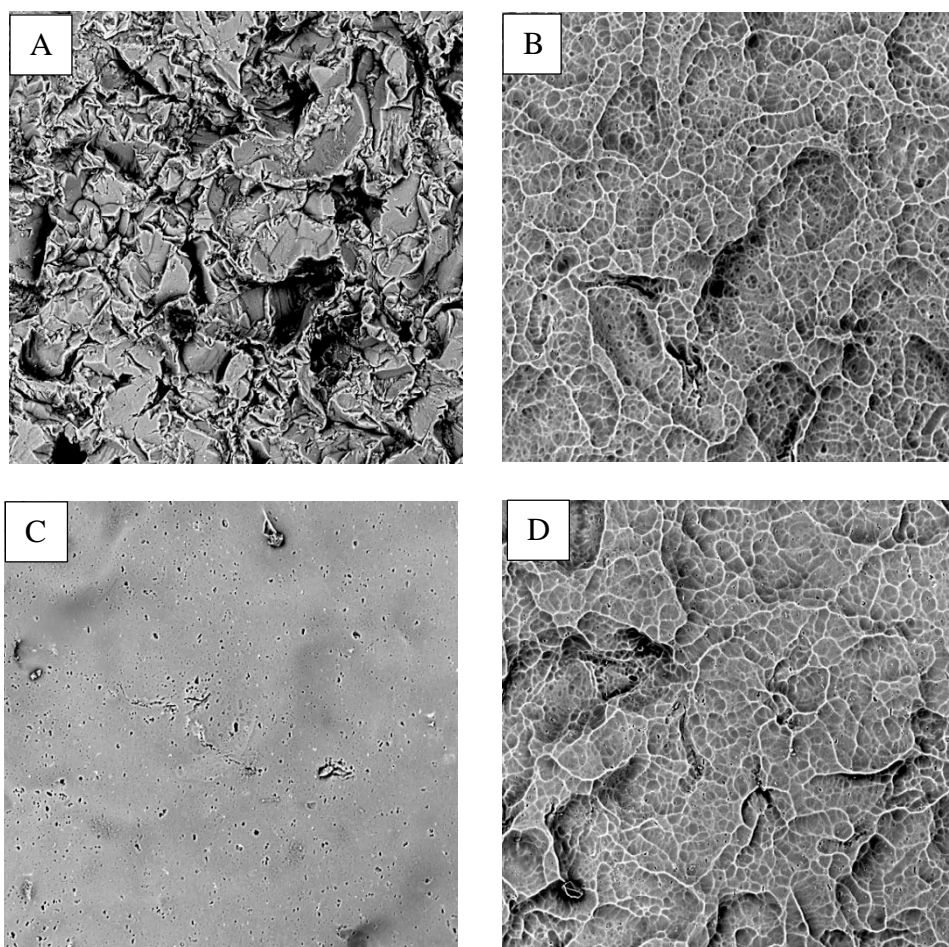
7.4 Vliv proudu a jeho velikosti při elektrolytickém leptání

Při elektrolytickém leštění dochází k přednostnímu odleptávání vrcholků nerovností na základě rozdílné proudové hustoty mezi vrcholky a prohlubněmi. Nastavení hodnoty proudové hustoty závisí na povaze leptací lázně. Množství odleptaného materiálu závisí jednak na zvolené leptací směsi a samozřejmě i zvolených procesních podmínkách, jak lze vidět na následujících příkladech.

Přesné nastavení a udržování konstantní hodnoty proudové hustoty je obtížné, jelikož její velikost může v průběhu leptání kolísat. Při experimentech bylo vyzorováno, viz. Obr. 29-30, že zvyšování velikosti proudové hustoty není vždy přímo úměrné snižování povrchové drsnosti. U každé z porovnávaných lázní na Obr. 29-30 a výsledků v tabulkách 13-14 jasně plyne, že při překročení jisté hodnoty proudové hustoty dochází ke zvyšování povrchové drsnosti.

Vliv teploty na průběh elektrolytického leptání demonstruje Obr. 31, z kterého můžeme pozorovat, jak se mění vzhled povrchu za konstantního nastavení proudové hustoty. Porovnáním Obr. 31 a naměřených dat v Tabulce 15 lze konstatovat, že pokles povrchové drsnosti vzorků je přímo úměrný rostoucí teplotě procesu leptání.

Z porovnání výsledků uvedených v této podkapitole, s dříve uvedenými, lze konstatovat, že pomocí elektrolytického leptání lze upravovat povrch hliníku, aniž bychom výrazně snižovali jeho celkovou tloušťku. Pro dosažení povrchové drsnosti okolo 2 μm nám stačí relativně nižší teplota okolo 80 °C a ne příliš komplikovaná (mnohasložková) leptací lázeň, viz. Obr. 29 a tabulka 13.

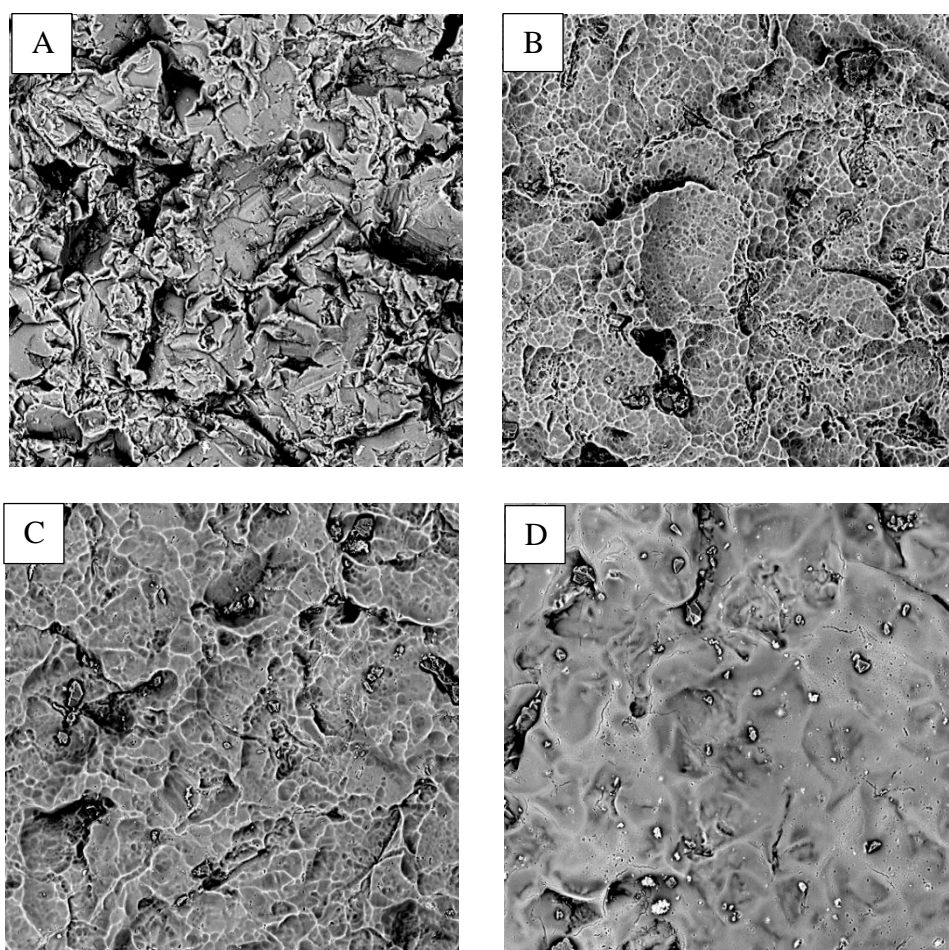


Obrázek 29 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) proudová hustota 10 A/dm², (C) proudová hustota 12,5 A/dm², (D) proudová hustota 20 A/dm², ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm.

Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 13.

Tabulka 13 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 29. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 29.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	proudová hustota [A/dm ²]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)				4,72 ± 0,01	1,081 ± 0,002
B	60 % H ₃ PO ₄ 40 % H ₂ SO ₄	80	5	10	2,76 ± 0,04	1,035 ± 0,005
C		80	5	12,5	2,03 ± 0,03	1,031 ± 0,003
D		80	5	20	2,74 ± 0,05	1,030 ± 0,001

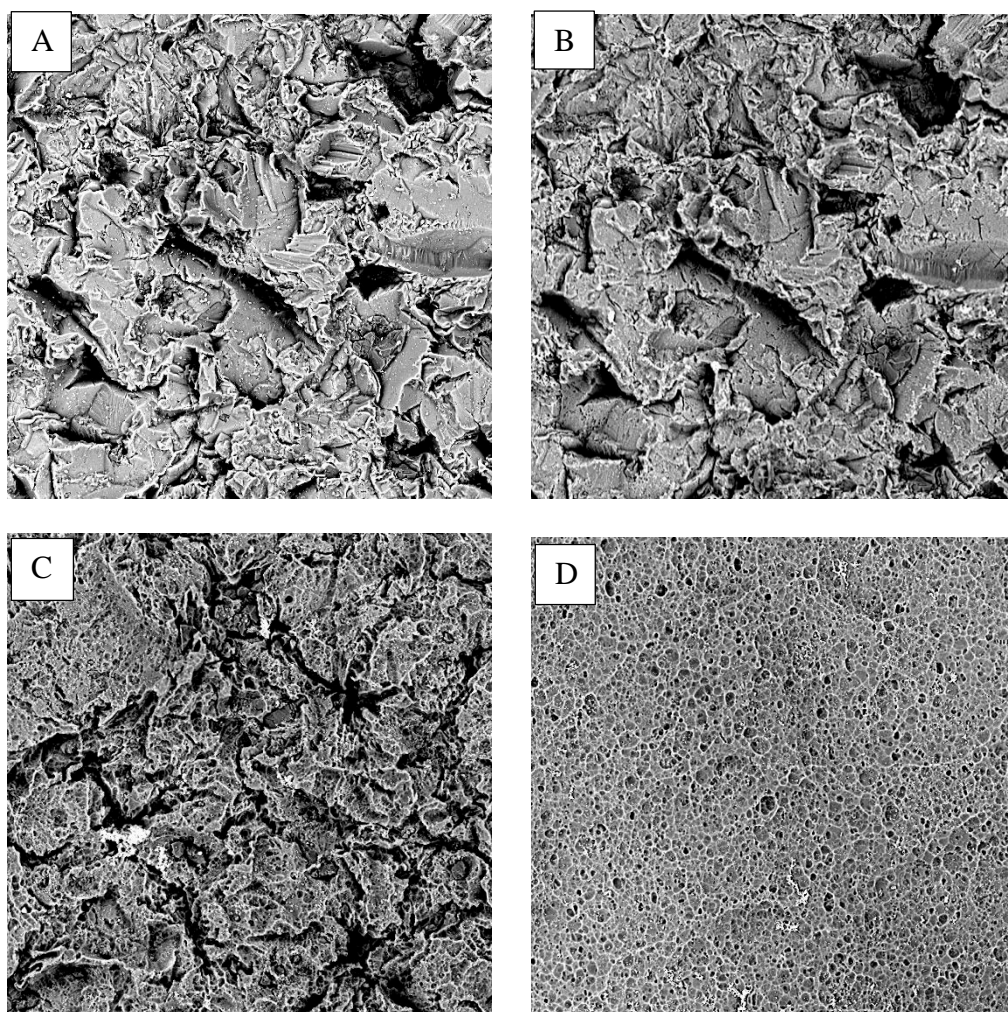


Obrázek 30 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) proudová hustota 5 A/dm², (C) proudová hustota 7,5 A/dm², (D) proudová hustota 12,5 A/dm², ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm.

Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 14.

Tabulka 14 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 30. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 30.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	proudová hustota [A/dm ²]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)				4,74 ± 0,07	1,083 ± 0,003
B	60 % H ₃ PO ₄ 40 % H ₂ SO ₄	70	3	5	3,49 ± 0,05	1,071 ± 0,004
C		70	3	7,5	3,10 ± 0,08	1,050 ± 0,002
D		70	3	12,5	2,59 ± 0,03	1,042 ± 0,003



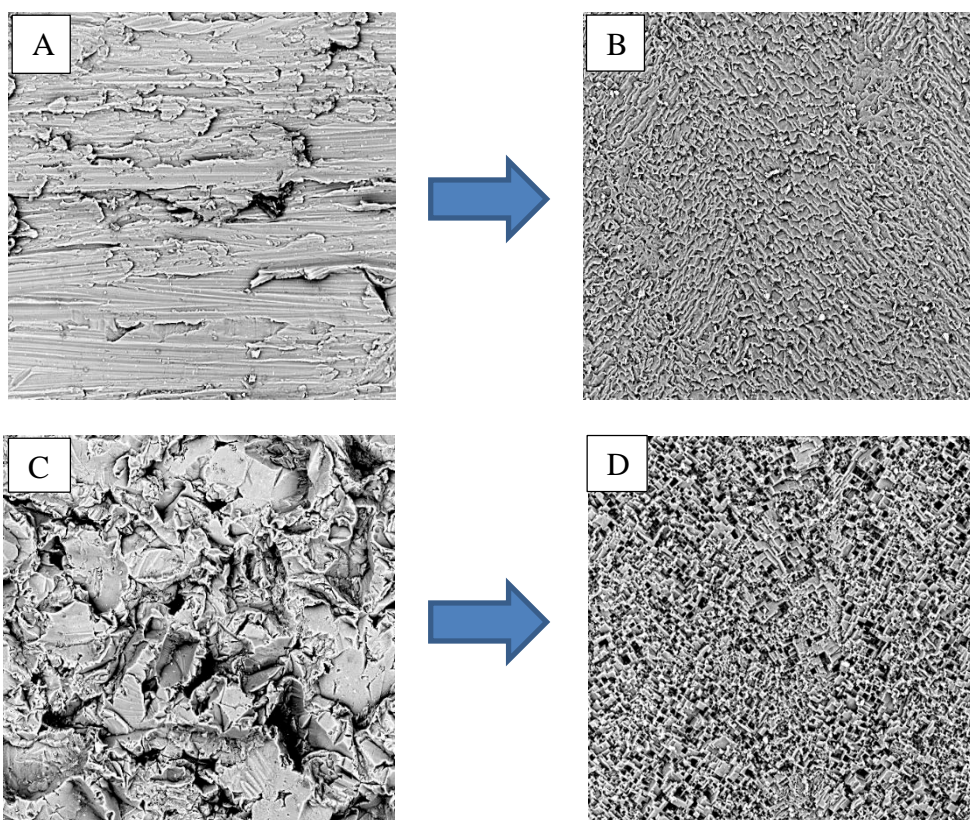
Obrázek 31 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 25 °C, (C) leptáno při 50°C, (D) leptáno při 100 °C, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 15.

Tabulka 15 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 31. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 31.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	proudová hustota [A/dm ²]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)				4,72 ± 0,08	1,079 ± 0,002
B	60 % H ₃ PO ₄	25	5	12,5	3,16 ± 0,05	1,062 ± 0,001
C	20 % H ₂ SO ₄	50	5	12,5	3,47 ± 0,07	1,053 ± 0,003
D	20 % H ₂ O	100	5	12,5	2,66 ± 0,04	1,001 ± 0,002

7.5 Vliv výchozího povrchu

Mimo nastavení podmínek procesu leptání a druhu leptací lázně má na topografii a vzhled výsledného reliéfu vliv také podoba a topografie výchozího povrchu. Pokud byl výchozí povrch obroušen smirkovým papírem o hrubosti 180, pak při použití následující leptací lázně měl povrch mírně „šupinatý“ charakter, což lze pozorovat na následujícím Obr. 32. Kdežto, pokud byl povrch před leptáním opískován korundem, při použití totožné leptací lázně s totožným nastavením podmínek leptání, docházelo k přednostnímu odleptávání povrchu jako by po krystalografických rovinách. Další zásadní a zajímavou skutečností je redukce celkové tloušťky porovnávaných vzorků, viz. Tabulka 16. Vzorky s nižší výchozí povrchovou drsností se odleptávají mnohem rychleji než ty s vyšší. Tato skutečnost je s největší pravděpodobností spojena s usazování oxidů hliníků v prohlubních, což následně brzdí celkovou rychlost leptání po celé ploše vzorku.



Obrázek 32 – Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch - broušeno smirkovým papírem, (B) po leptání, (C) výchozí povrch - pískováno korundem, (D) po leptání. Snímky pořizené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 16.

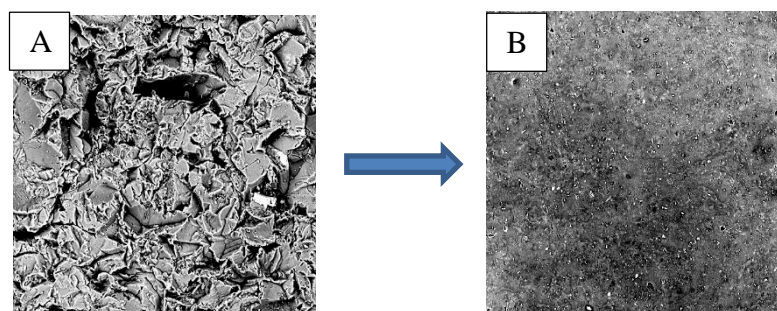
Tabulka 16 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 32. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 32.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (broušeno smirkovým papírem o hrubosti 180)			2,57 ± 0,07	1,083 ± 0,003
B	10 ml metanol 10 ml HNO ₃ 10 ml HCl	25	3	1,07 ± 0,09	0,809 ± 0,004
C	původní vzorek (pískováno korundem)			4,70 ± 0,08	1,079 ± 0,002
D	10 ml metanol 10 ml HNO ₃ 10 ml HCl	25	3	2,48 ± 0,04	1,036 ± 0,003

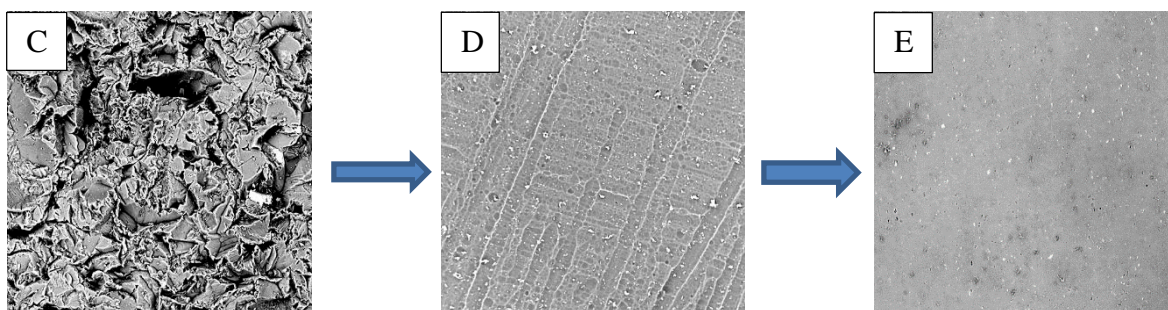
7.6 Vícekrokový postup leptání

7.6.1 Dvoukrokový proces leptání

Další řešenou proměnnou v rámci této diplomové práce bylo využití vícekrokové procesu leptání pro dosažení co nejmenší povrchové drsnosti upravovaného materiálu. Na obr. 33 je vyobrazena změna povrchové topografie leptaného povrchu v jednom kroku. Výsledky tohoto experimentu viz. tabulka 17 korespondují s daty uvedenými v předešlých podkapitolách. Hodnota Ra klesá na $(1,73 \pm 0,05)$ μm a celková tloušťka klesá z $(1,083 \pm 0,004)$ mm na $(0,955 \pm 0,003)$ mm. Oproti tomu v případě kdy je před konečnou leptací směs zařazen krok předleptání pomocí vodného roztoku NaOH, viz. Obr. 34, můžeme pozorovat nižší hodnotu povrchové drsnosti $(1,07 \pm 0,04)$ μm za téměř srovnatelného poklesu celkové tloušťky odleptávaného materiálu, viz. porovnání dat v tabulce 17. Z toho plyne, že v určitých případech má předleptání pozitivní vliv na celkový výsledek leptání – snížení povrchové drsnosti. Tato skutečnost je jednak dána, jak prvotním snížením povrchových nerovností, ale také eliminací povrchových nečistot a mastnoty na povrchu při použití roztoku NaOH.



Obrázek 33 – Vzhled povrchu vzorku Al, (A) výchozí povrch, (B) po leptání. Snímky pořizené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 17.

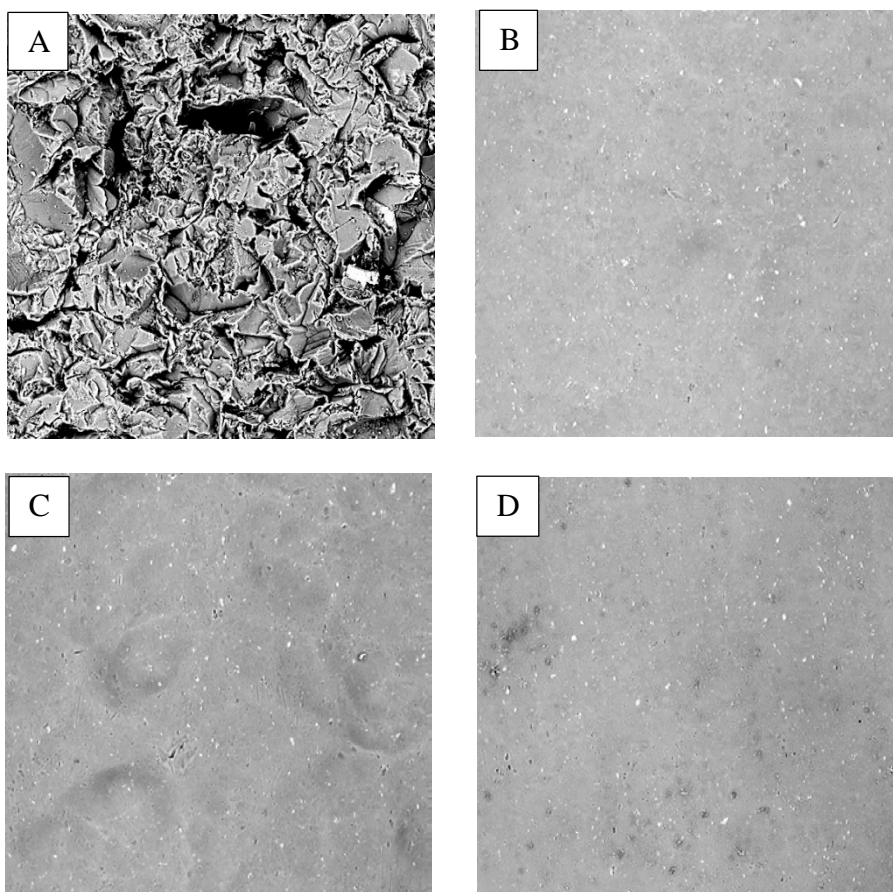


Obrázek 34 – Vzhledu povrchu vzorků Al v jednotlivých fázích leptání, (C) výchozí povrch (D) první krok leptání, (E) druhý krok leptání. Snímky pořizené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 17.

Tabulka 17 – Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 33 a 34. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 33 a 34.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískovaný korundem)			4,72 ± 0,10	1,083 ± 0,004
B	70 % H ₃ PO ₄ 20 % H ₂ SO ₄ 10 % HNO ₃	100	5	1,73 ± 0,05	0,955 ± 0,003
C	původní vzorek (pískovaný korundem)			4,70 ± 0,08	1,081 ± 0,002
D	30 hm.% NaOH v H ₂ O	25	5	1,63 ± 0,07	1,031 ± 0,003
E	70 % H ₃ PO ₄ 20 % H ₂ SO ₄ 10 % HNO ₃	100	5	1,07 ± 0,04	0,903 ± 0,006

Na následujícím Obr. 35 je demonstrován vliv doby působení prvního kroku leptání při vícekrokovém procesu. Z hodnot R_a v Tab. 18 a 19 lze vypočítat přímou úměru mezi délkou prvního kroku leptání a konečnou povrchovou drsností sekundárně leptaných vzorků hliníku.



Obrázek 35 – Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům dvoukrokového procesu leptání, kdy se měnila doba leptání v prvním kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno 1 min v 30 hm.% NaOH, (C) leptáno 3 min v 30 hm.% NaOH, (D) leptáno 5 min v 30 hm.% NaOH, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 18 a 19.

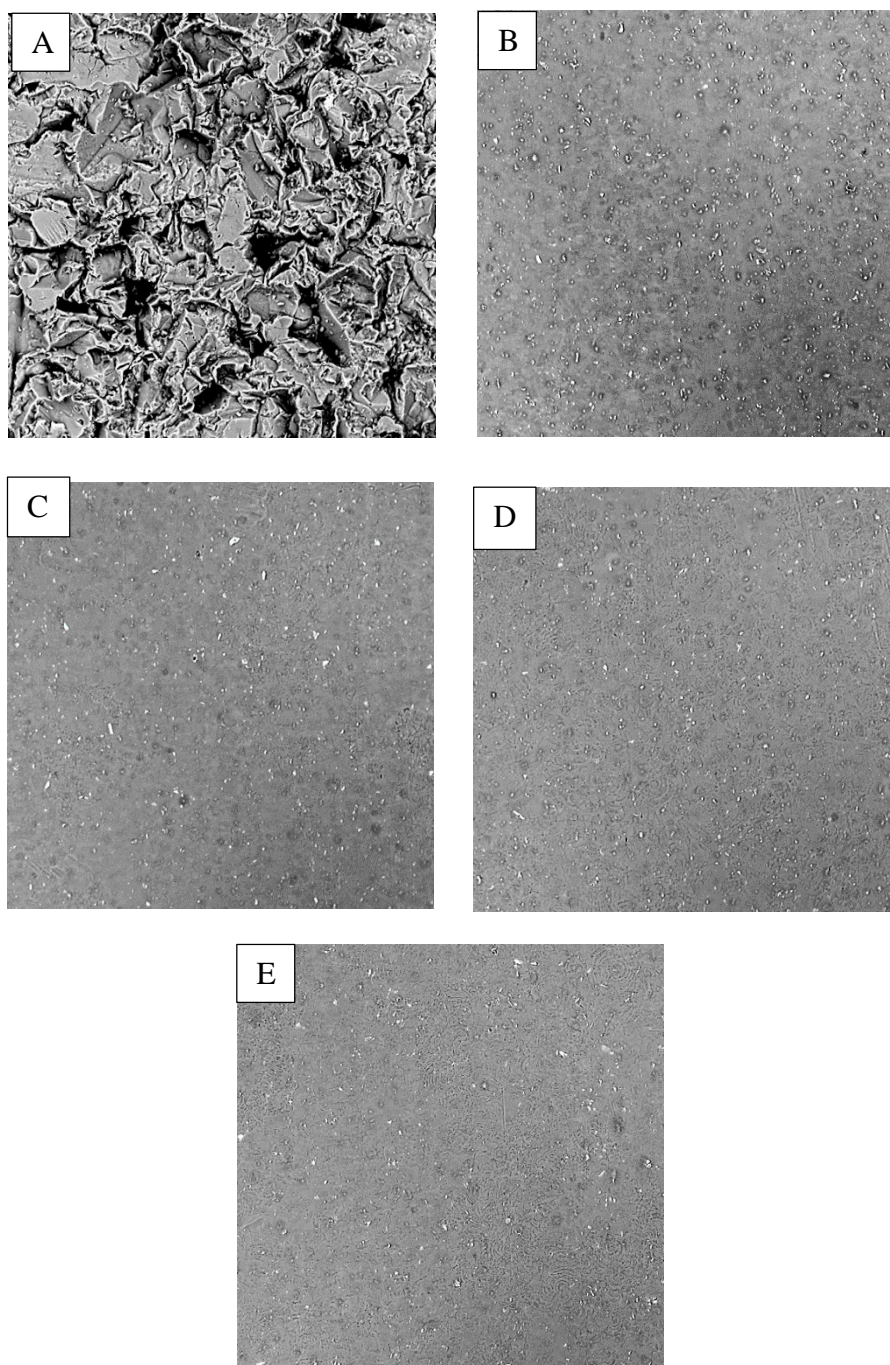
Tabulka 18 – Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků a změny povrchové drsnosti odpovídající Obr. 35. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 35.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			1,089 ± 0,002
B	30 hm. % NaOH v H ₂ O	25	1	1,048 ± 0,003
C		25	3	1,032 ± 0,004
D		25	5	1,027 ± 0,005

Tabulka 19 – Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 35. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 35.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,70 ± 0,09	1,083 ± 0,004
B	70 % H ₃ PO ₄	100	5	1,62 ± 0,05	0,959 ± 0,005
C	20 % H ₂ SO ₄	100	5	1,58 ± 0,06	0,937 ± 0,006
D	10 % HNO ₃	100	5	1,06 ± 0,03	0,902 ± 0,002

Ná následujícím příkladě viz. obr. 36 a v tabulkách 20 a 21 je uveden další příklad dvoukrokový proces leptání. Oproti výše uvedeným příkladům by v tomto případě zvolen první krok v podobě elektrolytického leštění viz. data v tabulce 20 a ve druhém kroku byly vzorky leptány pomocí jedné směsi kyselin po rozdílně dlouhou dobu, viz. tabulka 21. Z porovnání dat v tabulce plyne, že markantní pokles povrchové drsnosti k hodnotě 0,4 μm sebou nese rovněž výrazný pokles celkové tloušťky upravovaného vzorku.



Obrázek 36 – Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům dvoukrokového procesu leptání, kde se měnila doba leptání v druhém kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 5 min, (C) leptáno po dobu 7 min, (D) leptáno po dobu 10 min, (E) leptáno po dobu 13 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 20 a 21.

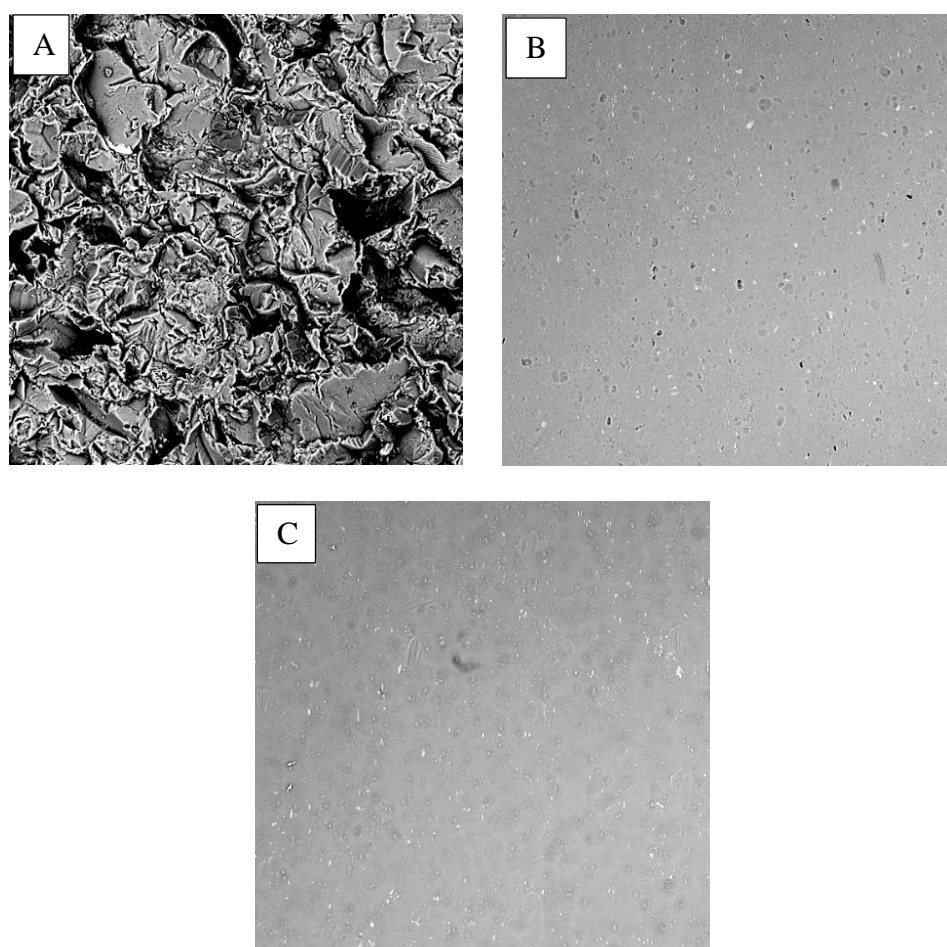
Tabulka 20 – Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 36. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 36.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	proudová hustota [A/dm ²]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			
B	60 % H ₃ PO ₄ 40 % H ₂ SO ₄	80	10	12,5
C		80	10	12,5
D		80	10	12,5
E		80	10	12,5

Tabulka 21 – Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 36. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 36.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,63 ± 0,07	1,073 ± 0,006
B	70 % H ₃ PO ₄ 20 % H ₂ SO ₄ 10 % HNO ₃	100	5	0,52 ± 0,03	0,966 ± 0,003
C		100	7	0,43 ± 0,04	0,880 ± 0,004
D		100	10	0,46 ± 0,05	0,845 ± 0,001
E		100	13	0,40 ± 0,03	0,800 ± 0,004

Jako poslední příklad dvoukrokového postup leptání je příklad uvedený na Obr. 37, kdy v prvním kroku byl vzorek leptán v roztoku NaOH. Ve druhém kroku byly vzorky leptány ve směsi kyselin po různě dlouhou dobu, procesní parametry jsou uvedeny v tabulce 22 a 23. Po delším času leptání dochází ke snížení celkové tloušťky vzorku, což se dalo očekávat. Z porovnání výsledků uvedených v tabulkách a na obrázcích lze konstatovat podobný závěr jako v předešlém příkladě, kde výrazný pokles povrchové drsnosti je docílen na úkor velmi výrazné redukce celkové tloušťky upravovaného materiálu.



Obrázek 37 – Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům dvoukrokového procesu leptání, kde se měnila doba leptání v druhém kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 8 min, (C) leptáno po dobu 13 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 22 a 23.

Tabulka 22 – Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 37. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 37.

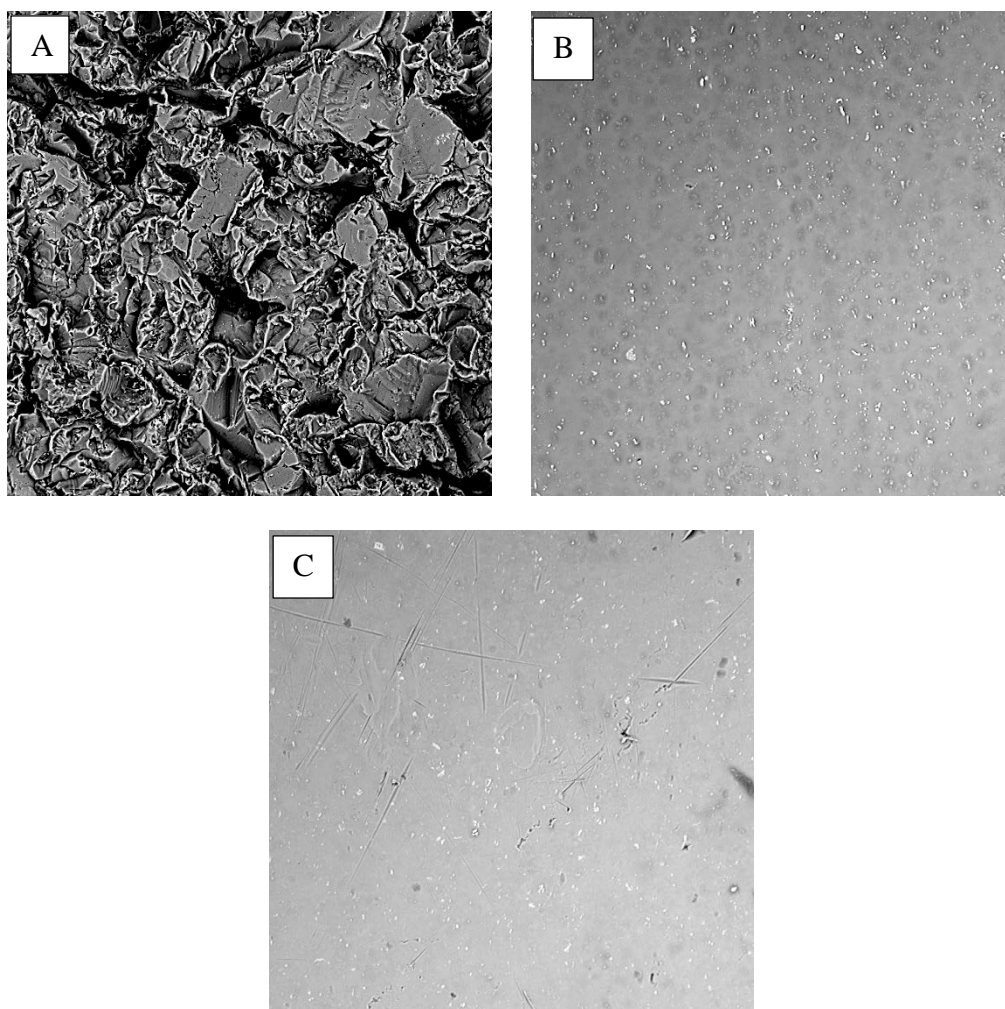
vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]
A	původní vzorek (pískováno korundem)		
B	30 hm.% NaOH v H ₂ O	25	5
C		25	5

Tabulka 23 – Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 37. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 37.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,64 ± 0,05	1,080 ± 0,002
B	70 % H ₃ PO ₄	100	8	1,62 ± 0,03	0,933 ± 0,006
C	20 % H ₂ SO ₄ 10 % HNO ₃	100	13	0,84 ± 0,01	0,749 ± 0,005

7.6.2 Tříkrokový proces leptání

Na následujícím Obr. 38 a tabulkách 24 až 26 je uveden příklad tříkrokového procesu úpravy povrchu hliníkových vzorků. V prvním kroku byly vzorky předleptány 30% roztokem NaOH ve vodě, poté bylo zařazeno elektrolytické leptání ve směsi kyselin. Po uplynutí zvoleného času byl vypnut zdroj stejnosměrného elektrického proudu a vzorek byl podroben klasickému leptání ve stejné směsi kyselin. Vzhled povrchu po této úpravě je patrný na Obr. 38, hodnoty povrchové drsnosti a změn tlouštěk je uveden v tabulce 26.



Obrázek 38 – Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům tři krokového procesu leptání, kde se měnila doba leptání ve třetím kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 5 min, (C) leptáno po dobu 7 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 24, 25 a 26.

Tabulka 24 – Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 38. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 38.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]
A	původní vzorek (pískováno korundem)		
B	30 hm.% NaOH v H ₂ O	25	5
C		25	5

Tabulka 25 – Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 38. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 38.

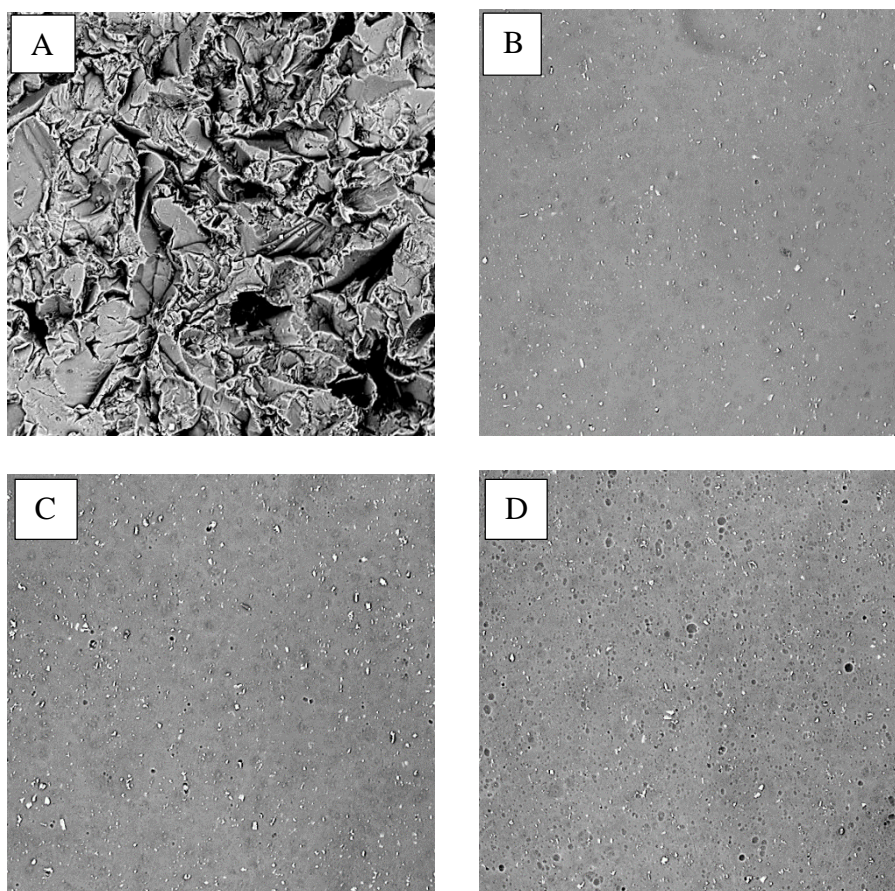
vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	proudová hustota [A/dm ²]	doba leptání [min]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			
B	70 % H ₃ PO ₄ 20 % H ₂ SO ₄	100	12,5	10
C	10 % HNO ₃	100	12,5	10

Tabulka 26 – Procesní parametry 3. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 38. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 38.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek (pískováno korundem)			4,66 ± 0,03	1,081 ± 0,002
B	70 % H ₃ PO ₄ 20 % H ₂ SO ₄	100	5	1,49 ± 0,02	0,862 ± 0,005
C	10 % HNO ₃	100	7	1,32 ± 0,01	0,783 ± 0,008

7.6.3 Čtyřkrokový proces leptání

Na následujícím Obr. 39 je uveden příklad čtyřkrokové úpravy, kdy byly použity totožné leptací směsi i procesní podmínky s tím rozdílem, že jednotlivé kroky byly provedeny dvakrát. Srovnáním dat uvedených v tabulkách 27 a 28 lze pozorovat to, že sice došlo k odleptání o trochu většího množství materiálu, což se očekávalo, avšak celkový rozdíl tlouštěk vzorků není natolik markantní, v porovnání s poklesem povrchové drsnosti.



Obrázek 39 – Porovnání vzhledu povrchu Al, po čtyřech krocích leptání, kde se měnila doba leptání v prvním a třetím kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 1 min, (C) leptáno po dobu 3 min, (D) leptáno po dobu 5 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 27 a 28.

Tabulka 27 – Procesní parametry 1. a 3. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 39. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 39.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]
A	původní vzorek (pískováno korundem)		
B	30 hm. % NaOH v H ₂ O	25	1
C		25	3
D		25	5

Tabulka 28 – Procesní parametry 2. a 4. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 39. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 39.

vzorek	leptací lázeň	teplota [°C]	doba leptání [min]	Ra [μm]	tloušťka [mm]
A	původní vzorek			4,69 ± 0,08	1,082 ± 0,003
B	70 % H ₃ PO ₄	100	5	0,75 ± 0,02	0,939 ± 0,004
C	20 % H ₂ SO ₄	100	5	0,68 ± 0,04	0,917 ± 0,003
D	10 % HNO ₃	100	5	0,62 ± 0,03	0,894 ± 0,002

ZÁVĚR

V rámci této diplomové práce byly zkoumány možnosti a postupy přípravy specifických povrchových reliéfů a snižování povrchové drsnosti materiálu na bázi hliníku za pomoci chemických a elektrolytických leptacích postupů.

V teoretické části byl nejprve představen hliník, jeho výroba a fyzikální vlastnosti. Dále byly uvedeny možnosti přídavků některých prvků pro modifikaci jeho fyzikálních vlastností. Byly diskutovány vybrané způsoby mechanických povrchových úprav hliníku s cílem snižování jeho povrchové drsnosti. Poslední část byla věnována představení a vysvětlení principu chemického a elektrolytického obrábění hliníku s uvedením příkladů patentovaných a publikovaných postupů.

V praktické části byly shrnuty použité experimentální postupy a měřicí zařízení. Byla provedena charakterizace výchozího složení použitých vzorků hliníku s uvedením typů a dodavatelů použitých chemických látek.

Hlavním cílem této diplomové práce bylo demonstrovat vliv jednotlivých proměnných procesu leptání (teplota, čas, koncentrace jednotlivých složek, vliv proudu a jeho velikosti a vliv výchozího povrchu, následnosti kroků leptání) na výsledný vzhled povrchu a hodnotu povrchové drsnosti.

Z experimentálních výsledků vyplynula široká provázanost jednotlivých proměnných. Obecně však lze konstatovat následující. Nejzásadnější proměnou je typ a složení použité směsi spolu s teplotou a časem leptání. V závislosti na agresivitě směsi použitých kyselin je třeba upravit požadovanou teplotu a čas leptání. Vyšší teplota leptání má obecně za následek výraznou redukci povrchové drsnosti v relativně krátkém čase, a to na úkor výrazného poklesu celkové tloušťky upravovaného materiálu. Z hlediska vlivu času lze konstatovat, že v porovnání s teplotou je tento vliv spíše sekundární což plyne z experimentálních výsledků pro nižší teploty a delší časové úseky. Pro nižší teploty lze konstatovat, že mají u dané leptací směsi za následek vznik specifického reliéfu, který může zdůrazňovat rozhraní jednotlivých zrn nebo hrany původních nerovností po předešlém mechanickém obrábění. Nutno ovšem poznamenat, že rozsah nízké a vysoké teploty se liší směs od směsi, přidáme-li například do leptací směsi alkohol, je nutné výrazně snížit maximální teplotu leptání, nicméně i při této nižší teplotě lze dosahovat výrazné redukce povrchové drsnosti v porovnání s jinými systémy, kde je nutné nastavovat mnohem vyšší teploty leptání.

Z experimentů věnovaným elektrolytickému leptání vyplynulo, že použití tohoto postupu je vysoce efektivní pokud chceme snižovat pouze povrchovou drsnost, nicméně i tato technika má své limity a je lepší ji kombinovat s klasickými postupy leptání. Nicméně lze konstatovat, že u některých typů leptacích lázní je pokles hodnoty povrchové drsnosti přímo úměrný velikosti proudové hustoty. U jiných zase přechází přes určité minimum.

Dále bylo zjištěno, že pro zvýšení efektivity procesu leptání je nezbytné k základním leptacím látkám přidávat další komponenty, což koresponduje s poznatky uvedenými v patentových příkladech a publikacích. Zvláště je důležitá přítomnost oxidačního činidla v podobě HNO_3 .

Jak vyplynulo z experimentálních pozorování, neméně důležitou proměnou je vliv povrchové drsnosti výchozího substrátu.

Z laboratorních experimentů dále vyplynulo, že největší redukce povrchové drsnosti bylo dosaženo vícekrokovým procesem leptání. Takovýmto kombinovaným procesem leptání lze redukovat povrchovou drsnost až hodnotám Ra okolo $0,5 \mu\text{m}$.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MICHNA, Š., LUKÁČ, I. a OČENÁŠEK, V. *Encyklopedie hliníku*. 1. vyd. Prešov, 2005. 700 s. ISBN 80-89041-88-4.
- [2] HATCH, J.E. *Aluminum: properties and physical metallurgy*. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1984, 424 s. ISBN 08-717-0176-6.
- [3] ATWOOD, D.A., YEARWOOD, B.C. *The future of aluminum chemistry*. Journal of Organometallic Chemistry. 2000, roč. 600, s. 186-197. ISSN 0022-328X . Dostupné z: www.sciencedirect.com.
- [4] HRANOŠ, Přemysl. *Anorganická technologie: studijní text pro SPŠCH*. 3. přeprac. vyd., (V nakl. P. Klouda 1. vyd.). Ostrava: P. Klouda, 2000. ISBN 80-863-6901-3.
- [5] CHVOJKA, Jiří a Miroslav BRZOBOHATÝ. *Zpracování a použití hliníku a jeho slitin*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1961, 360 s. Řada hutnické literatury
- [6] ŘASA, Jaroslav, Přemysl POKORNÝ a Vladimír GABRIEL. *Strojírenská technologie* 3. 2. vyd. Praha: Scientia, 2005. ISBN 80-718-3336-3.
- [7] KLIKORKA, Jiří, Jiří VOTINSKÝ a Bohumil HÁJEK. *Obecná a anorganická chemie*. 2., nezm. vyd. Praha: SNTL, 1989.
- [8] HUANG, Ying, D.K. SARKAR a X. GRANT CHEN. *Superhydrophobic aluminum alloy surfaces prepared by chemical etching process and their corrosion resistance properties*. *Applied Surface Science* [online]. 2015, **356**: 1012-1024 [cit. 2015-10-27]. DOI: 10.1016/j.apsusc.2015.08.166. ISSN 01694332. Dostupné z:<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433215019790>.
- [9] IWATA, Takashi, Taketoshi MATSUMOTO, Sumio TERAOKA a Hikaru KOBAYASHI. *Fabrication of Al₂O₃/Al structure by nitric acid oxidation at room temperature*. *Open Physics* [online]. 2010-01-1, **8**(6), - [cit. 2016-01-24]. DOI: 10.2478/s11534-010-0014-z. ISSN 2391-5471. Dostupné z: <http://www.degruyter.com/view/j/phys.2010.8.issue-6/s11534-010-0014-z/s11534-010-0014-z.xml>.
- [10] Bright dipping aluminium H₃PO₄: Technical information bulletin [online]. 2015 [cit. 2016-02-14]. Dostupné z: <https://www.goo->

gle.cz/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&cad=rja&uact=8&ved=0ahU-KEwiap4C38KnLAhUF_nIKHTjqCrkQFggfMAA&url=http%3A%2F%2Fwww.potashcorp.com%2Fmedia%2Fbright_dip_manual.pdf&usq=AFQjCNG6HcuZRQ_wDBao_0geRnpqKOVd5Q. PotashCorp.

- [11] ÇAKIR, O. *Chemical etching of aluminium* [online]. [cit. 2015-10-27]. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2007.08.012. ISBN 10.1016/j.jmatprotec.2007.08.012. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013607007662>
- [12] KRAUS, Václav. *Povrchy a jejich úpravy*. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2000, 216 s. ISBN 80-708-2668-1.
- [13] The Hong Kong Polytechnic University. *Surface Finishing* [online]. Hong Kong: IC Learning series, 2012 [cit. 2016-03-03]. Dostupné z: http://www.ic.polyu.edu.hk/student_net/training_materials/IC%20Learning%20Series%202013%20-%20Surface%20Finishing.pdf.
- [14] HENSEL, Kenneth B. Electropolishing. *Metal Finishing* [online]. 2000, **98**(1): 440-448 [cit. 2015-11-08]. DOI: 10.1016/S0026-0576(00)80353-0. ISSN 00260576. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0026057600803530>.
- [15] KOSMAČ, Alenka. *Elektrolytické leštění korozivzdorných ocelí* [online]. Brusel: Euro Inox, 2009 [cit. 2015-11-30]. ISBN 978-2-87997-319-7. Dostupné z: <http://docplayer.cz/1102531-Elektrolyticke-lesteni-korozivzdornych-oceli.html>.
- [16] DU FRESNE, Eugene R. a John R. SWIHART. *Producing a mirrorlike finish on aluminum*. 1951. United States of America. US 2673143 A. Uděleno 23.3.1954. Zapsáno 10.3.1951.
- [17] SMITH, Harold Vernon . *Aluminium etching process*. 1972. United States of America. 3,802,973. Uděleno 9.4.1974. Zapsáno 9.10.1972.
- [18] MEYER, Walter R. *Etching aluminium using hexahydroxyheptanoic acid as a modifier*. 1953. United States of America. 2,653,861. Uděleno 29.11.1953. Zapsáno 9.3.1953.
- [19] QIU, Weiming. *Fluoroalkyl surfactants*. 2007. United States of America. US 7638650 B2. Uděleno 29.12.2009. Zapsáno 6.8.2007.

- [20] SAID MAHMOUD, Issa. *Chemical polishing bath and method for aluminum alloys*. 1988. Švédsko. EP 0325097 A1. Uděleno 26.7.1989. Zapsáno 12.12.1988.
- [21] SMITH, Harold Vernon. *Alkali etching solution for aluminium*. 1965. United States of America. 3,314,890. Uděleno 18.4.1967. Zapsáno 9.4.1965.
- [22] SCHAFFSTALL, Eugene a Ira J. DUNCAN. *Aluminium etch bath additive*. United States of America. 3,810,797. Uděleno 14.5.1974. Zapsáno 10.4.1972.
- [23] LEIN, John Eric, Cornelis SPOOREN, Jostein HARDALEN, Jan Morten SORAKER a Merete HALLENSTVET. *Procedure for electrochemical polishing of an aluminium substrate to obtain a specular surface*. United States of America. US 6428682 B1. Uděleno 6.8.2002. Zapsáno 28.8.1998.
- [24] ADELKHANI, H., S. NASOODI a A. H. JAFARI. A study of the Morphology and Optical Properties of Electropolished Aluminum in the Vis-IR region. *International Journal of Electrochemical Science* [online]. 2009, (4): 238 - 246 [cit. 2015-10-29]. Dostupné z: <http://www.electrochemsci.org/papers/vol4/4020238.pdf>.
- [25] HUANG, Ying, D.K. SARKAR a X. GRANT CHEN. *Superhydrophobic aluminum alloy surfaces prepared by chemical etching process and their corrosion resistance properties*. *Applied Surface Science* [online]. 2015, 356: 1012-1024 [cit. 2015-10-27]. DOI: 10.1016/j.apsusc.2015.08.166. ISSN 01694332. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433215019790>.
- [26] EDITED BY G.E. CHRISTIDIS. *Advances in the characterization of industrial minerals: university textbook*. London: European Mineralogical Union, 2011. ISBN 978-090-3056-281.
- [27] JANÁČEK, Zdeněk a Petr PONÍŽIL. *Úvod do fyziky pevných látek*. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta technologická, 1995.
- [28] Scanning electron microscope (SEM). *Encyclopædia Britannica* [online]. SCHOOL AND LIBRARY SUBSCRIBERS, 2011 [cit. 2016-02-06]. Dostupné z: <http://www.britannica.com/technology/scanning-electron-microscope>.
- [29] WATT, Ian M. *The principles and practice of electron microscopy*. 2nd ed. New York: Cambridge University Press, 1997, 484 p. ISBN 05-214-3591-9.

- [30] EE, Dong-Hyeok, Nahm-Gyoo CHO, Lihui WENG, Shengqing WANG, Xiaoyan ZHANG a Jian XU. Assessment of surface profile data acquired by a stylus profilometer. *Measurement Science and Technology* [online]. 2012-10-01, vol. 23, issue 10, s. 105601- [cit. 2014-05-19]. DOI: 10.1088/0957-0233/23/10/105601. Dostupné z: <http://stacks.iop.org/0957-0233/23/i=10/a=105601?key=crossref.70161e962ae8ff1b360b70c153cbcb0>.
- [31] THE PENN STATE RESEARCH FOUNDATION. *Optical phase-shift triangulation technique (PST) for non-contact surface profiling* US6040910 A. Uděleno 20. květen 1998.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

FCC – plošně centrovaná kubická krystalová mřížka

Al – hliník

Mg – hořčík

Fe – železo

Ti – titan

Ga – galium

A – elektrochemický ekvivalent látky [$\text{kg}\cdot\text{C}^{-1}$]

I – proud [A]

Q – náboj [C]

z – náboj iontu [-]

e – elementární náboj [C]

N_A – Avogadrova konstanta [mol^{-1}]

M_m – molární hmotnost vyloučené látky při elektrolýze [$\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$]

F – Faradayova konstanta [$\text{C}\cdot\text{mol}^{-1}$]

t – čas [s]

J – proudová hustota [$\text{A}\cdot\text{dm}^{-2}$]

S – plocha vzorku [dm^2]

SEM – skenovací elektronová mikroskopie

EDAX – energy dispersive X-Ray spectroscopy

EDXRF – energy dispersive X-Ray fluorescence

R_a – střední aritmetická úchylka profilu [μm]

SEZNAM OBRÁZKŮ

(1) Plošně centrovaná krystalická mřížka typická pro hliník (FCC).....	12
(2) Schéma zařízení pro výrobu hliníku.....	15
(3) Schéma procesu lapování.....	18
(4) Průběh odleptávání (H_3PO_4) povrchových nerovností v důsledku přednostního narušování oxidované vrstvy (vytvořené HNO_3) na vrcholcích nerovností.....	20
(5) Schéma procesu elektrolýzy při povrchové úpravě hliníku.....	22
(6) Příklad elektrolyticky leštěných povrchů, vlevo povrch před úpravou, vpravo po úpravě.....	24
(7) SEM snímek přemětu A-před leštěním, B-po leštění. Povrchová drsnost klesla z 3,45 μm na 0,45 μm	29
(8) Postup přípravy superhydrofobního povrchu na bázi hliníku. a) snímek povrchu vstupního materiálu; b) snímek povrchu materiálu po procesu leptání; c); d); e) snímky povrchu po 5s, 1 min a 24 min pasivace.....	30
(9) Schéma pasivace povrchu pomocí kyseliny stearové.....	31
(10) Schéma skenovacího elektronového mikroskopu.....	32
(11) Znázornění interakce elektronů se zkoumaným vzorkem v SEM.....	33
(12) Princip kontaktního profilometru.....	34
(13) Princip bezkontaktní profilometrie.....	35
(14) Použitý skenovací elektronový mikroskop Phenom Pro.....	39
(15) Použitý profilometr DektaXT od společnosti Bruker.....	40
(16) Použitý bezkontaktní profilometr Contour GT od společnosti Bruker.....	40
(17) Prvkové složení použitého materiálu určené pomocí SEM-EDAX analýzy na Elektronovém mikroskopu FEI Nova NanoSEM 450.....	41
(18) Vzhled povrchu broušeného povrchu hliníku brusným papírem s označení 180. Nahoře obrázek ze SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Dole profil povrchu pořízení pomocí kontaktního profilometru.....	42

- (19) Vzhled korundem pískovaného povrchu hliníku. Nahoře obrázek ze SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Dole profil povrchu pořízený pomocí kontaktního profilometru..... 43
- (20) Porovnání vzhledu povrchu Al, lišících se použitou leptací lázní. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 3 a 4..... 45
- (21) Porovnání 3D topografie, upravovaným vzorků Al, lišících se použitou leptací lázní. Plošný rozměr vyobrazené zobrazených vzorků je 1,90 x 2,50 mm. Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 3 a 4..... 46
- (22) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 2 min, (C) leptáno po dobu 4 min, (D) leptáno po dobu 6 min, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 6..... 49
- (23) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 2 min, (C) leptáno po dobu 4 min, (D) leptáno po dobu 6 min, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 7..... 50
- (24) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 50 °C, (C) leptáno při 80 °C, (D) leptáno při 100 °C, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 8..... 51
- (25) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 25 °C, (C) leptáno při 50 °C, (D) leptáno při 70 °C, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 9..... 53
- (26) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 80 °C, (C) leptáno při 90 °C, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 10..... 54
- (27) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno v 1 hm.% NaOH, (C) leptáno v 15 hm.% NaOH, (D) leptáno v 30 hm.% NaOH, ostatní parametry totožné.

- Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 11..... 55
- (28) Porovnání vzhledu povrchu Al, kde se měnila koncentrace jedné složky a vody (A) výchozí povrch, (B) 75 % H_3PO_4 , (C) 80 % H_3PO_4 , (D) 82 % H_3PO_4 . Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 12..... 57
- (29) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) proudová hustota 10 A/dm^2 , (C) proudová hustota 12,5 A/dm^2 , (D) proudová hustota 20 A/dm^2 , ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 13..... 59
- (30) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) proudová hustota 5 A/dm^2 , (C) proudová hustota 7,5 A/dm^2 , (D) proudová hustota 12,5 A/dm^2 , ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 14..... 60
- (31) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch, (B) leptáno při 25 $^\circ\text{C}$, (C) leptáno při 50 $^\circ\text{C}$, (D) leptáno při 100 $^\circ\text{C}$, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 15..... 61
- (32) Porovnání vzhledu povrchu Al, (A) výchozí povrch - broušeno smirkovým papírem, (B) po leptání, (C) výchozí povrch - pískováno korundem, (D) po leptání. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 16..... 62
- (33) hled povrchu vzorku Al, (A) výchozí povrch, (B) po leptání. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 17..... 64
- (34) Vzhledu povrchu vzorků Al v jednotlivých fázích leptání, (C) výchozí povrch, (D) první krok leptání, (E) druhý krok leptání. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 17..... 64
- (35) Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům dvoukrokového procesu leptání, kdy se měnila doba leptání v prvním kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno 1 min

- v 30 hm.% NaOH, (C) leptáno 3 min v 30 hm.% NaOH, (D) leptáno 5 min v 30 hm.% NaOH, ostatní parametry totožné. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 18 a 19..... 65
- (36) Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům dvoukrokového procesu leptání, kde se měnila doba leptání v druhém kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 5 min, (C) leptáno po dobu 7 min, (D) leptáno po dobu 10 min, (E) leptáno po dobu 13 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 20 a 21..... 67
- (37) Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům dvoukrokového procesu leptání, kde se měnila doba leptání v druhém kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 8 min, (C) leptáno po dobu 13 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 22 a 23... 69
- (38) Porovnání vzhledu povrchu Al, vystavených účinkům tří krokového procesu leptání, kde se měnila doba leptání ve třetím kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 5 min, (C) leptáno po dobu 7 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 24, 25 a 26..... 71
- (39) Porovnání vzhledu povrchu Al, po čtyřech krocích leptání, kde se měnila doba leptání v prvním a třetím kroku, (A) výchozí povrch, (B) leptáno po dobu 1 min, (C) leptáno po dobu 3 min, (D) leptáno po dobu 5 min. Snímky pořízené pomocí SEM, rozměr vyobrazené plochy 268 x 268 μm . Značení snímků odpovídá označení v Tabulce 27 a 2873

SEZNAM TABULEK

(1) Signály generované po prvním kontaktu primárního elektronového svazku se zkoumaným vzorkem.....	33
(2) Prvkové složení použitého materiálu stanovené pomocí EDXRF.....	41
(3) Procesní parametry prvotní úpravy jednotlivých vzorků, uvedených na Obr. 20. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 20.....	44
(4) Procesní parametry následné úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 20. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 20.....	44
(5) Srovnání parametrů plošné drsnosti vzorků porovnávaných na obr. 20 a 21. Popis procesu úpravy povrchu vzorků odpovídá datům uvedeným v tabulce 4. Hodnoty byly stanoveny z analýzy dat získaných pomocí bezkontaktního profilometru.....	47
(6) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 20. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 22.....	48
(7) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 23. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 23.....	50
(8) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 24. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 24.....	52
(9) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 25. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 25.....	52
(10) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 26. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 26.....	54

- (11) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 27. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr.27..... 56
- (12) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků a změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 28. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 28..... 57
- (13) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 29. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 29..... 59
- (14) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 30. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 30..... 60
- (15) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 31. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 31..... 61
- (16) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 32. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 32..... 63
- (17) Procesní parametry úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 33 a 34. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 33 a 34..... 64
- (18) Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků a změny povrchové drsnosti odpovídající Obr. 35. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 35..... 66
- (19) Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 35. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 35..... 66
- (20) Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 36. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 36..... 68

- (21) Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 36. Označení A, B, C, D a E odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 36..... 68
- (22) Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 37. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 37..... 69
- (23) Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 37. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 37..... 70
- (24) Procesní parametry 1. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 38. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 38..... 71
- (25) Procesní parametry 2. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 38. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 38..... 72
- (26) Procesní parametry 3. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 38. Označení A, B, C odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 38..... 72
- (27) Procesní parametry 1. a 3. kroku úpravy jednotlivých vzorků odpovídající Obr. 39. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 39..... 73
- (28) Procesní parametry 2. a 4. kroku úpravy jednotlivých vzorků, změny jejich tloušťky a povrchové drsnosti odpovídající Obr. 39. Označení A, B, C a D odpovídá značení jednotlivých vzorků na Obr. 39..... 74