

# **Příprava texturovaných povrchů na bázi hliníku**

Bc. Markéta Kadlečková

---

Diplomová práce  
2017



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická  
Ústav fyziky a mater. inženýrství  
akademický rok: 2016/2017

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Markéta Kadlečková**  
Osobní číslo: **T15267**  
Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**  
Studijní obor: **Materiálové inženýrství**  
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Příprava texturovaných povrchů na bázi hliníku**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte literární rešerši na dané téma.
2. Provedte experimenty věnované cílené změně povrchové textury hliníku či jeho slitin.
3. Provedte charakterizaci změn povrchové textury pomocí dostupných technik, SEM, AFM, profilometrie, goniometrie.
4. Výsledky přehledně diskutujte a zhodnoťte.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

1. Cakir, O. **Chemical Etching of Aluminium. Journal of Materials Processing Technology. 2008, 199, 337-340.**
2. Chvojak, Jiří a Miroslav Brzobohatý. **Zpracování a použití hliníku a jeho slitin. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1961.**
3. Hatch, J.E., **Aluminum Properties and Physical Metallurgy, American Society for Metals, 1984.**
4. Daoud, W.A., **Self-Cleaning Materials and Surfaces a Nanotechnology Approach, Wiley, 2013.**

Vedoucí diplomové práce:

**Ing. Antonín Minařík, Ph.D.**

Ústav fyziky a mater. inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

**3. února 2017**

Termín odevzdání diplomové práce:

**19. května 2017**

Ve Zlíně dne 10. února 2017



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.  
*děkan*



doc. Mgr. Aleš Mráček, Ph.D.  
*ředitel ústavu*

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské 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 <sup>1/</sup>;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské 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/bakalářskou 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 <sup>2/</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3/</sup> 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 <sup>3/</sup> odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou 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/bakalářské 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/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské 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 18.5.2017

*Kadlečková*

---

<sup>1)</sup> 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 nahlížení 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.

<sup>2)</sup> 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).

<sup>3)</sup> 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). Odpirá-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 přípravy hladkých či texturovaných povrchů na bázi hliníku metodou chemického leptání. Upravené povrchy byly modifikovány kyselinou stearovou pro dosažení co největší hydrofobity strukturovaných povrchů. Byl zkoumán vliv teploty, času, složení leptacích lázní, koncentrace komponent v leptacím roztoku, počet a sled kroků leptání na změnu povrchové drsnosti a charakteristického reliéfu. Dále byl optimalizován proces přípravy hydrofobních povrchů s ohledem na složení modifikující lázně, koncentrace složek v roztoku, teplotu a čas úpravy. Připravené povrchy byly charakterizovány pomocí elektronové mikroskopie, profilometrie, goniometrie a mikroskopie atomárních sil. Z výsledků vyplynulo, že vhodným nastavením více krokového procesu leptání lze připravit nejen velmi hladké povrchy, ale rovněž povrchy vyznačující se specifickým povrchovým reliéfem bez ohledu na původní povrch vzorku. Mimo to lze tyto povrchy vhodně zvoleným postupem upravit tak, aby vykazovaly superhydrofobní charakter.

### **Klíčová slova:**

Hliník, povrch, chemické leptání, drsnost, texturizace, kyselina stearová, superhydrofobita

## **ABSTRACT**

The possibilities of preparing smooth or textured aluminum based surfaces using chemical etching have been studied. The surfaces were modified with stearic acid to achieve hydrophobicity of the structured surfaces. The influence of heat, time, composition of etching bath, concentration of components in the etching solution, the sequence and the number of etching steps to change the surface roughness and structure were studied. Furthermore, the process of preparing hydrophobic surfaces has been optimized with respect to the composition of the etching bath, the concentration of the components, the temperature and the treatment time. The prepared surfaces were characterized by electron microscopy, profilometry, goniometry, and atomic force microscopy. The results have shown it is possible to prepare very smooth surfaces, but also surfaces with a specific surface relief, regardless of the appearance of the surface of the original treated sample. In addition, these surfaces can be modified in a suitably chosen manner to exhibit a superhydrophobic character.

### **Keywords:**

Aluminum, surface, chemical etching, roughness, texturization, stearic acid, superhydrophobicity

V první řadě bych chtěla poděkovat vedoucímu práce Ing. Antonínu Minaříkovi, Ph.D za pomoc a cenné připomínky při jejím vypracování. Dále patří dík Ing. Eriku Wrzecionkovi za podnětné rady a zejména pomoc v laboratoři.

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

# OBSAH

ÚVOD .....	9
<b>I TEORETICKÁ ČÁST .....</b>	<b>10</b>
<b>1 METODIKY POVRCHOVÝCH ÚPRAV KOVOVÝCH MATERIÁLŮ.....</b>	<b>11</b>
1.1 MECHANICKÁ PŘEDÚPRAVA .....	11
1.1.1 Mechanické broušení .....	11
1.1.2 Mechanické leštění .....	11
1.1.3 Odstraňování otřepů, omílání .....	12
1.2 ELEKTROLYTICKÉ A CHEMICKÉ LEŠTĚNÍ.....	12
1.2.1 Elektrolytické leštění .....	12
1.2.2 Plazmové elektrolytické leštění.....	13
1.2.3 Chemické leštění .....	13
1.3 ELOXOVÁNÍ .....	13
<b>2 ÚPRAVY A ZUŠLECHŤOVÁNÍ POVRCHŮ NA BÁZI HLINÍKU.....</b>	<b>14</b>
2.1 HLINÍK A JEHO SLITINY .....	14
2.1.1 Kvalita povrchu hliníkových výrobků .....	14
2.2 ÚPRAVY POVRCHU HLINÍKU .....	15
2.2.1 Mechanické úpravy.....	15
2.2.1.1 Pískování – tryskání.....	15
2.2.1.2 Broušení a mechanické leštění .....	15
2.2.2 Další úpravy .....	16
2.2.2.1 Elektrochemické leštění .....	16
2.2.2.2 Chemické leštění .....	16
2.2.2.3 Eloxování .....	16
2.2.2.4 Super-hydrofobní povrchy .....	17
<b>3 CHEMICKÉ LEPTÁNÍ POVRCHU HLINÍKU .....</b>	<b>20</b>
3.1 LEPTÁNÍ POMOCÍ KYSELINY FOSFOREČNÉ.....	20
3.2 LEPTÁNÍ POMOCÍ IONTŮ ŽELEZA.....	21
3.3 LEPTÁNÍ POMOCÍ HYDROXIDU SODNÉHO A KYSELINY DUSIČNÉ.....	23
<b>4 METODIKY FINÁLNÍ ÚPRAVY POVRCH HLINÍKU .....</b>	<b>25</b>
4.1 OCHRANA HLINÍKU PROTI KOROZI.....	25
4.1.1 Ochrana pomocí nanášení organicko-anorganických vrstev .....	25
4.1.2 Depozice chemických vrstev pomocí plazmatu .....	27
4.2 NANÁŠENÍ SUPERHYDROFOBNIÍCH VRSTEV.....	27
4.2.1 Teflonové vrstvy.....	27
4.2.2 Polypropylenové vrstvy .....	28
4.2.3 Depozice kyseliny stearové.....	28
4.2.4 Generování superhydrofobního povrchu pomocí flouralkyl-silanu .....	31
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST .....</b>	<b>32</b>
<b>5 MATERIÁLY A METODY .....</b>	<b>33</b>



5.1	PŘÍPRAVA VZORKŮ HLINÍKU .....	33
5.1.1	Prvkové složení použitého hliníkového plechu.....	33
5.2	PŘÍPRAVA LEPTACÍCH LÁZNÍ A LEPTÁNÍ VZORKŮ .....	33
5.3	PŘÍPRAVA HYDROFOBNIÍCH POVRCHŮ, DEPOZICE KYSELINY STEAROVÉ.....	34
5.4	POUŽITÉ CHEMIKÁLIE .....	34
5.5	CHARAKTERIZACE PŘIPRAVENÝCH POVRCHŮ .....	35
5.5.1	Skenovací elektronová mikroskopie (SEM) .....	35
5.5.2	Mikroskopie atomárních sil .....	35
5.5.3	Kontaktní profilometrie .....	35
5.5.4	Měření kontaktního úhlu smáčení .....	35
<b>6</b>	<b>VÝSLEDKY A DISKUZE .....</b>	<b>37</b>
6.1	Vliv procesních podmínek leptání na změnu povrchové drsnosti a vzhled povrchu hliníku .....	37
6.1.1	Srovnání vlivu složení leptacích lázní na změnu charakteristik upravovaných vzorků hliníku.....	37
6.1.2	Vliv drsnosti výchozího povrchu na průběh leptání hliníku .....	39
6.1.3	Vliv počtu a souslednosti kroků opakovaného leptání .....	40
6.1.4	Vliv doby leptání .....	43
6.1.5	Vliv teploty na průběh leptání .....	49
6.1.6	Vliv složení a koncentrací jednotlivých složek v leptací lázni .....	51
6.2	PŘÍPRAVA HYDROFOBNIÍHO POVRCHU .....	53
6.2.1	Vliv koncentrace kyseliny stearové na vznik hydrofobního povrchu .....	53
6.2.2	Vliv výchozího povrchu na vznik hydrofobního povrchu .....	55
6.2.3	Vliv doby působení kyseliny stearové na vznik hydrofobního povrchu .....	57
6.3	CÍLENÁ PŘÍPRAVA SUPERHYDROFOBNIÍCH POVRCHŮ.....	59
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>65</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITRATURY .....</b>	<b>66</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>72</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>73</b>
	<b>SEZNAM TABULEK .....</b>	<b>76</b>

## ÚVOD

Tato diplomová práce se zabývá možnostmi využití kombinovaných postupů chemického leptání hliníku pro přípravu povrchů se specifickým vzorem nebo minimální povrchovou drsností či vysokou hydrofobitou. Hliník jako základní materiál byl zvolen záměrně s ohledem na skutečnost, že je hojně využíván v širokém spektru průmyslových aplikací díky své nízké hmotnosti a odolnosti proti korozi.

První část teoretické práce se zabývá především metodami povrchových úprav kovových materiálů. Další kapitola je zaměřena čistě na povrchové úpravy hliníku, jak z všeobecného pohledu, tak s ohledem na cíle této diplomové práce. V této části je tedy věnována pozornost zejména chemickému leptání hliníku. Poslední část teoretické práce je věnována možnostem úprav povrchů hliníku, tak aby byl vysoce nesmáčivý (superhydrofobní).

Praktická část je rozdělena do dvou hlavních kapitol. První pojednává o vlivu procesních podmínek na možnosti změny vzhledu a drsnosti povrchu hliníku. Jsou zde diskutovány hlavní proměnné determinující topografii a parametry výsledného povrchu. Druhá část je věnována přípravě vysoce hydrofobních povrchů na bázi hliníku. Zde jsou sledovány různé procesní podmínky a vliv výchozího (neupraveného či upraveného) povrchu na možnosti generace povrchu vyznačujícího se superhydrofobním charakterem.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

# 1 METODIKY POVRCHOVÝCH ÚPRAV KOVOVÝCH MATERIÁLŮ

Kovy jsou velmi často používány jako konstrukční materiály díky jejich dobrým mechanickým vlastnostem. Nicméně mezi jejich nevýhody velmi často patří slabá odolnost vůči korozi. Z těchto důvodů kovy v drtivé většině případů procházejí na konci své výroby procesem povrchových úprav. Způsob těchto úprav se volí s ohledem na budoucí použití.

Pro zvolení správného postupu povrchové úpravy je třeba znát několik základních informací:

- V jakém prostředí bude materiál používán.
- Na jaký materiál bude povrchová úprava aplikována.
- Jakou má mít povrchově upravený materiál životnost či garanci povrchové úpravy.

[1]

## 1.1 Mechanická předúprava

Substráty, u kterých je prováděna povrchová úprava, musí být před-upraveny takovým způsobem, aby byly zbaveny prachu, různých nečistot, koroze a dalších nežádoucích vrstev. Pouze po této před-úpravě je možno zajistit trvalou přilnavost následné povrchové úpravy.

[2]

### 1.1.1 Mechanické broušení

Broušení se často používá jako koncová úprava u tvrdých a pevných materiálů a výrobků vyrobených jinou obráběcí technologií.

Pro zvýšení životnosti brusného materiálu je třeba tento brusný nástroj a materiál chladit. Pomocí chladicího média se odvádí přebytek tepla vznikající třením mezi brusným nástrojem a broušeným materiálem. Mimo to, chladicí médium taktéž zajišťuje odvod přebytečného vybroušeného materiálu. [3]

### 1.1.2 Mechanické leštění

Leštění často následuje po mechanickém broušení, kdy chceme co nejvíce redukovat povrchovou drsnost, tj. vyhladit povrch až na úroveň těch nejhlubších šrámů/děr.

Leštění probíhá v několika krocích, kdy se mění lešticí nástroje v závislosti na hrubosti leštěného povrchu, tzn. začíná se nejhrubším leštídem a dále postupujeme k jemnějším až na požadovanou úroveň povrchové drsnosti. Tento postup zabrání zbytečnému opotřebení nejjemnějších lešticích nástrojů na vysoce nerovnoměrných povrchových profilech ošetřovaného materiálu. [3] [4]

### 1.1.3 Odstraňování otřepů, omílání

Tento postup se nejčastěji aplikuje na menší komponenty sériové výroby. Obrobky se mísí s brusnými kameny a pomocí vibrací (působících až po dobu několik hodin) se zbavují otřepů. Tato technika může být použita i ve vodném prostředí s chemickými přísadami, které celý proces urychlují. [3]

## 1.2 Elektrolytické a chemické leštění

Elektrolytické a chemické lešticí postupy se stejně jako mechanické leštění využívají k získání hladkého a lesklého povrchu s co nejmenší drsností.

Avšak způsob, kterým se hladkého efektu dosahuje, se od mechanického leštění značně odlišuje. Zatímco mechanické leštění pracuje s povrchem za působení laku a teploty, elektrolytické leštění pracuje na principu rozpouštění materiálu, kdy se výstupky rozpouštějí dříve než prohlubně.

Elektrolytické a chemické čištění a leštění může zcela nahradit leštění mechanické. [5]

### 1.2.1 Elektrolytické leštění

Elektrolytické leštění se často používá pro vyhlazení, leštění, odhrotování a čištění kovů – oceli, mědi a jejích slitin či hliníku. Tento proces odstraňuje povrchovou vrstvu elektrolyticky a používá se zejména v případech, kdy je zapotřebí velmi hladké a lesklé plochy.

Postup tohoto procesu je následující: výrobek (anoda) je ponořena v elektrolytu a stejnosměrný proud je veden mezi výrobkem (anodou) a katodou. Výrobek se tak stává polarizovaným a kovové ionty začnou difundovat ke katodě. [6]

Používanými elektrolyty jsou nejčastěji kyseliny (kyselina sírová, fosforečná) a někdy také organické sloučeniny (glycerin). [6]

### 1.2.2 Plazmové elektrolytické leštění

Tento a předešlý postup leštění se liší především ve složení roztoků, kde v tomto případě se používají solné roztoky, mezi jejich nespornou výhodou patří nižší ekologická zátěž pro okolí. Elektrický potenciál stejnosměrného proudu mezi anodou a katodou je v rozmezí 200 – 400 V v závislosti na složení roztoku a provozní teplotě.

### 1.2.3 Chemické leštění

Výrobky jsou při této úpravě ponořeny do roztoků leptacích směsí, kde vzniká chemická reakce mezi výrobkem a směsí. [7] Této technice bude věnována zvýšená pozornost v následujících kapitolách teoretické části práce.

## 1.3 Eloxování

Eloxování je elektrochemický proces, při kterém dochází k umělému zesílení oxidové vrstvy na povrchu kovu. Tato vrstva je odolnější než samotný kov, a to jak chemicky, tak i mechanicky. Eloxování lze také interpretovat jako anodizaci, protože výrobek je v obvodu zapojen jako anoda. [8] [9]

## 2 ÚPRAVY A ZUŠLECHŤOVÁNÍ POVRCHŮ NA BÁZI HLINÍKU

### 2.1 Hliník a jeho slitiny

Patří do skupiny neušlechtilých kovů. Je lehký, šedavě-bílé barvy a skvěle vede elektrický proud. Na vzduchu se povrch hliníku pokrývá vrstvičkou oxidu hlinitého. Hliník krystalizuje v kubické krystalografické soustavě a má amfoterní charakter, kdy se silnými zásadami tvoří tetrahydroxyhlinitaný a s kyselinami tvoří hlinité soli.

V přírodě se jako čistý kov obvykle nenachází – často tvoří sloučeniny rozptýlené v zemské kůře, kde zastupuje asi 7,34 % hmotnosti. Je to nejrozšířenější kov a třetí nejvíce obsažený prvek v zemské kůře.

Z minerálů obsahuje nejvyšší podíl hliníku korund, kde hliník tvoří okolo 53 % hmotnosti. Hliník se nejčastěji používá buď čistý nebo ve formě slitin, jako konstrukční materiál.

Nejčastěji zastoupenými prvky v slitinách hliníku jsou měď, mangan, hořčík, zinek a křemík.

Nejvýznamnější slitinou hliníku je dural, který obsahuje mimo hliník měď a hořčík. Měď má ve slitině významný vliv na pevnost. Výsledkem je lehká slitina s velkou pevností a relativně dobrou korozivní odolností, kterou lze zlepšit povlakováním.

#### 2.1.1 Kvalita povrchu hliníkových výrobků

Kvalita povrchu hliníku je především závislá na typu výrobního procesu s ohledem na daný produkt. Proto musí být kvalita očekávaného povrchu definována již před samotnou výrobou. V úvahu je potřeba brát další parametry jako je funkce výrobku, náklady na výrobu, estetiku, atd.

Pro získání minimální drsnosti povrchu je důležitá vhodná volba parametrů řezání hliníkových plechů. Primární proměnné, které lze řídit při řezání jsou: rychlost posuvu, počet otáček, hloubka řezu. Faktory, které řídit nelze jsou: opotřebení nástroje, zatížení, vibrace, vlastnosti materiálu, nástroje a obrobku. [10] [11]

## 2.2 Úpravy povrchu hliníku

### 2.2.1 Mechanické úpravy

#### 2.2.1.1 Pískování – tryskání

Při tryskání je povrch vystaven tryskacímu materiálu, který je nesen silným proudem vzduchu. Povrch se takto zbavuje nečistot, známek koroze a dochází i k celkovému zdrsnění povrchu, což umožňuje lepší přilnavost funkčních nátěrů.

Nejčastější materiálem pro tryskání hliníku je korund (oxid hlinitý), případně je vhodné použít i křemičitý písek. Velikost částic tryskacího materiálu se pohybuje okolo 0,4 – 0,8 mm. S častým používáním tryskacího materiálu dochází k zmenšování jejich velikosti. Drobné částice se proto spolu s otryskaným materiálem oddělují v cyklonu.

Při tryskání je potřeba vhodně zvolit parametry procesu s ohledem na pozdější použití výrobku zejména proto, aby nedocházelo ke vzniku povrchových vad v podobě trhlin, které by mohly iniciovat únavové poškození materiálu.

Tryskání je vhodnou úpravou především pro očekávané dlouhodobé aplikace, kdy životnost nátěru na tryskaný povrch činí cca 11 let i více oproti předúpravě kartáčováním ke je tato životnost pouze cca 3 roky. [12]

#### 2.2.1.2 Broušení a mechanické leštění

Broušení je vhodnou mechanickou předúpravou, kdy zarovnáváme ty největší výstupky a další nerovnosti. Nejčastěji se používá smirkové plátno nebo brusné rouno či pasta. Pro hliníkové povrchy se nejčastěji volí hrubost 240 – 320.

Kartáčováním se vyhlazují veškeré drobné nerovnosti. Používají se sisalové kotouče s brusnou pastou.

Dalším postupem je před-leštění, kdy používáme lešticí kotouče v kombinaci s polomastnými lešticími pastami. Struktura látkových kotoučů zároveň zaručuje chlazení leštěného povrchu.

Pro dosažení velmi hladkého povrchu se používají jemné lešticí kotouče společně s mastnými nebo suchými pastami. [12] [13] [14]

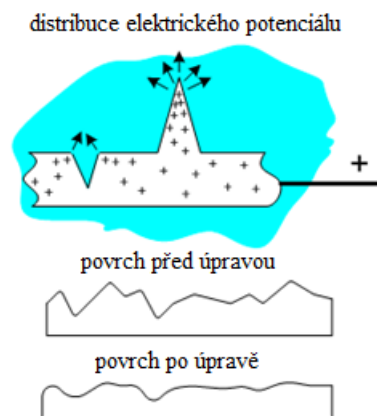


## 2.2.2 Další úpravy

### 2.2.2.1 Elektrochemické leštění

Elektrochemické leštění, viz. Obr. 1, se provádí zejména z důvodu zvýšení hladkosti povrchu, ale také ke zvýšení odolnosti proti korozi, která bývá často zapříčiněna nečistotami pocházejícími z procesu obrábění výrobku. Elektrochemickým leštěním lze tuto „riskantní“ vrstvu odstranit a zvýšit tak celkovou odolnost výrobku proti mechanické korozi.

Povrch výrobku se vyznačuje sníženou adhezí a snadnou čistitelností. Neméně důležitým faktem je atraktivnější design výrobku. [15] [16]



Obr. 1 – elektrochemické leštění [15]

### 2.2.2.2 Chemické leštění

Během procesu obrábění a řezání hliníku se na jeho povrchu generují intermetalické sloučeniny, vznikající důsledkem tepla, které je přítomno mezi obráběcím nástrojem a substrátem během procesu řezání. Tyto sloučeniny mohou tvořit nerovnosti na povrchu. [17]

Nežádoucí nerovnosti vzniklé obráběním výrobku, ale i jinými činnostmi lze odstranit pomocí chemického leptání, které bude podrobněji rozepsáno v kapitole 3 *Chemické leptání povrchu hliníku*.

### 2.2.2.3 Eloxování

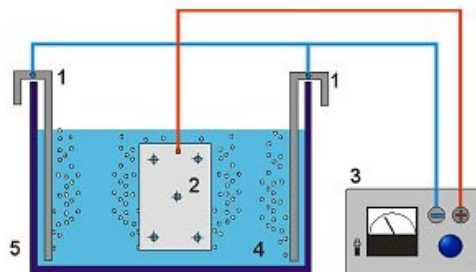
Eloxování (elektrolytická oxidace) neboli anodizace kovů je elektrolytický proces povrchové oxidace, která zvyšuje přirozenou schopnost kovu oxidovat. Vzniklé vrstvy oxidu hliníkového (v případě hliníku) mohou být až 1000 x silnější než přirozeně vzniklá vrstva oxidu. [18]

Neupravený hliník má schopnost na svém povrchu vlivem atmosférických podmínek generovat oxidickou vrstvu, která se stává přirozenou ochranou před další korozí. Tato vrstva je velmi tenká (cca 0,001 – 0,005  $\mu\text{m}$ ), po několika dnech však zesílí na 0,1 až 0,5  $\mu\text{m}$ .

Pokud je hliník s oxidickou vrstvou umístěn ve vlhkém prostředí, dochází na vnější části vrstvy k hydratizaci a oxid hlinitý se stává hydroxidem hlinitým (barit). Tato vrstva však není dostatečně tvrdá, esteticky přijatelná (v závislosti na aplikaci) a snadno se mechanicky nebo vlivem atmosférických podmínek poškodí. [12]

Hliník bývá nejčastěji anodizován v elektrolytu kyseliny sírové. Pro speciální účely aplikace je možné anodizovat povrch hliníku v různých typech elektrolytů, např. kyselina fosforečná, kyselina sírová ve směsi s kyselinou šťavelovou nebo kyselina sírová ve směsi s kyselinou salicylovou. [18]

Doba eloxování, viz. Obr. 2, závisí na velikosti hodnoty proudové hustoty použité pro proces. Běžně platí, že součin doby eloxování a proudové hustoty by měl být roven 0,77 ampérminut na centimetr čtvereční. Doba eloxování by neměla být příliš dlouhá, při prodloužení by mohlo dojít k pozvolnému rozpouštění vytvořené vrstvy oxidu hlinitého. [19]



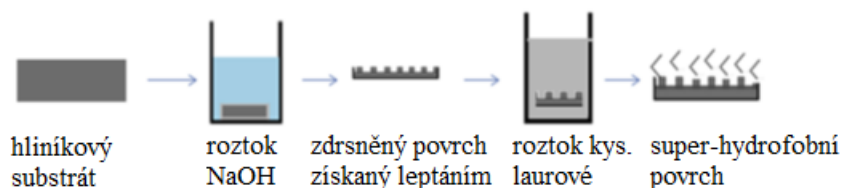
Obr. 2 – schéma procesu eloxování; 1 – katoda, 2 – anoda (eloxovaný předmět), 3 – proudový regulovatelný zdroj, 4 – eloxovací lázeň, 5 – kontejner s lázní. [19]

#### 2.2.2.4 Superhydrofobní povrchy

Superhydrofobní povrch je takový, který má kontaktní úhel kapky vody větší než  $150^\circ$  a hysterezní úhel smáčení je menší než  $10^\circ$ .

Pokud chceme vytvořit superhydrofobní povrch, je nutné generovat na výrobku mikro/nano struktury, protože na hladkém povrchu lze dosáhnout maximálního kontaktního úhlu  $120^\circ$  (i v případě, že jsou na povrch zvedeny funkční skupiny, např.  $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{CH}_2-$ ).

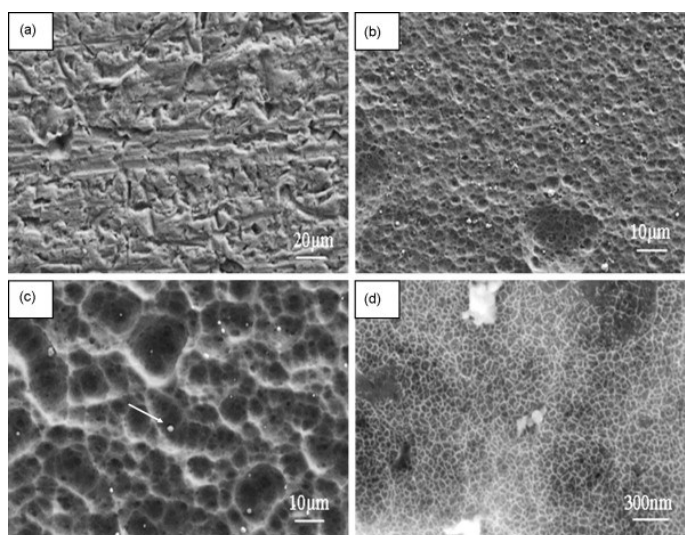
Běžně se superhydrofobní povrchy vyrábějí pomocí dvoustupňového procesu, viz. Obr. 3. První stupeň zahrnuje generování mikro/nano struktury na povrchu. Dalším krokem je navázání organických sloučenin s nízkou povrchovou energií. [20]



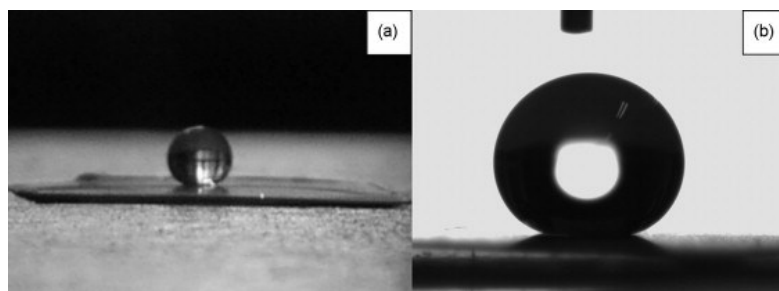
Obr. 3 – schéma přípravy superhydrofobního povrchu dvoustupňovým procesem [21]

Superhydrofobního povrchu lze dosáhnout i jinými metodami, viz. Obr. 4, než chemickým leptáním. Dalšími metodami jsou elektrochemické leptání, anodická oxidace nebo galvanická koroze. [22]

Jiným postupem může být kombinace mechanického zdrsňování povrchu (např. brusným papírem) s následným chemickým leptáním povrchu. [23]



Obr. 4 – SEM snímky hliníkové slitiny ve formě fólie, ošetřené různými způsoby pro dosažení superhydrofobního povrchu: (a) – povrch fólie po ošetření brusným papírem; (b) – ošetření povrchu vodným roztokem  $\text{HNO}_3$  a  $\text{Cu}(\text{NO})_3$ ; (c) a (d) – ošetření brusným papírem a následné leptání ve vodném roztoku  $\text{HNO}_3$  a  $\text{Cu}(\text{NO})_3$  [23]



*Obr. 5 – Optický snímek kapky vody na povrchu hliníku ošetřeného kombinací brusného papíru a následným ponořením do vodného roztoku  $HNO_3$  a  $Cu(NO)_3$ , kontaktní úhel kapky je  $159,7^\circ$ . [23]*

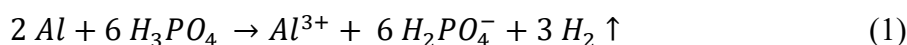
### 3 CHEMICKÉ LEPTÁNÍ POVRCHU HLINÍKU

Chemické leptání je v podstatě výrobním procesem - mikroobrábění, kdy na povrchu vznikají mikro komponenty. Při tomto procesu se používají silné chemické leptací roztoky, díky kterým se odstraňují nechtěné části z povrchu materiálu. Jednoduše by se dalo říci, že chemické leptání je proces řízené koroze materiálu. [7]

#### 3.1 Leptání pomocí kyseliny fosforečné

Kyselina fosforečná ( $H_3PO_4$ ) se používá zejména pro zlepšení kvality povrchu pro nanášení nátěrových vrstev. Povrch se musí důkladně ošetřit a pro lepší přilnavost a celkovou odolnost proti korozi se používá právě fosfátování. Častou předúpravou pro zajištění kvality fosfátové vrstvy bývá ještě deoxidace hliníkového povrchu. [24]

Po ponoření hliníkové části do roztoku složeného z  $H_3PO_4$  se odstraní oxidová vrstva z povrchu a dále se oddělují částice hliníku podle následující reakce:



Byl stanoven empirický vztah pro rychlost leptání v závislosti na teplotě, času a koncentraci:

$$dr = \frac{\delta r}{\delta t} dt + \frac{\delta r}{\delta c} dc + \frac{\delta r}{\delta T} dT \quad (2)$$

*Kde  $r$  je rychlost leptání kovu v kyselině fosforečné,  $t$  je doba reakce,  $c$  je koncentrace kyseliny fosforečné a  $T$  je absolutní teplota, při které reakce probíhá. [25]*

Rovnoměrnost leptání je možno ovlivnit přidávkem inhibitorů, surfaktantů nebo dalších aktivních látek. [5]

Dále se může povrch hliníku upravovat pomocí kombinace kyseliny fosforečné s dalšími například kyselinou sírovou, dusičnou nebo citrónovou.

Z dostupné literatury plyne, že hmotnostní úbytek hliníkového obrobku roste přímo úměrně s rostoucí koncentrací kyseliny fosforečné do limitní hodnoty, po překročení této hodnoty se již vliv zvyšující se koncentrace významně neprojevuje. Při koncentracích v rozmezí 0,085 – 2,215 není leptání nijak výrazné. [24]

Pokud jsou do leptacího roztoku zavedeny fluoridové ionty, úbytek vzorku je na koncentraci kyseliny nezávislý (v rozmezí koncentrací  $H_3PO_4$  0,085 – 0,213 M). [24] [26]

Se zvyšujícím se podílem iontů  $Al^{3+}$  v leptacím roztoku (vznikajícími postupným rozpouštěním vzorku), klesá hladkost povrchu. Pro zlepšení rovnoměrného leptání je vhodné přidat do leptací lázně povrchově aktivní látky (neiontové nebo aniontové). [24] [27]

Závislost na teplotě je interpretována tak, že od 20 °C do 50 °C se zvyšuje faktor rychlosti rozpouštění o cca 1,3 na každých 10 °C. [24]

### 3.2 Leptání pomocí iontů železa

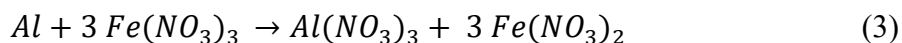
Pro uspokojivé leptání hliníku je k dispozici pouze málo acidických leptacích lázní. Mnoho kyselin totiž neleptá povrch rovnoměrně, a navíc mohou způsobovat prohlubně.

Při leptání hliníku může docházet ke vzniku nečistot, například mědi, pokud je přítomna ve slitině s hliníkem. Tyto vznikající nečistoty mohou být neadhezivní, ale také mohou být chemicky vázány k povrchu, což není žádoucí. Špatné leptání tak může mít za následek jak odstranění kovu z povrchu, ale také může docházet k povrchové kontaminaci.

Z literatury vyplývá, že hliník lze leptat i pomocí železitých sloučenin ať už jimi samotnými, nebo s výhodou v kyselém roztoku. Primárním leptadlem zůstávají především fluoridy, nebo jiné sloučeniny.

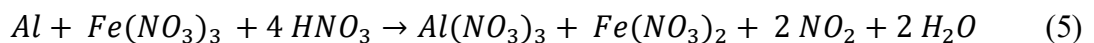
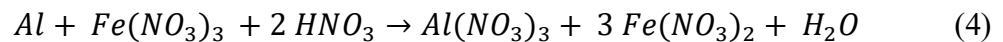
Jak bylo řečeno, hliník lze leptat i samotnými železitémi sloučeninami. Pokud dosáhneme dostatečné koncentrace a teploty kolem 50 °C a vyšší. Lze použít jak dusičnan železitý, tak i síran železitý. [28]

Na povrchu poté probíhá následující reakce:



Železitý ion tak konvertuje na železnatý, zatímco se hliník rozpouští v podobě dusičnanu.

Dusičnan železitý má ve vodném roztoku kyselý charakter. Vyšší účinnosti se dosáhne přidáním kyseliny dusičné (nebo kyseliny sírové). V závislosti na kyselosti roztoku nastává jedna z následujících reakcí:



Vzhled a jasnost povrchu po leptání jsou srovnatelné s ostatními deoxidačními leptacími činidly. [28]

Dalším leptacím činidlem může být chlorid železitý  $FeCl_3$ . U tohoto činidla reakce probíhá dle následující rovnice:



Průběh leptání je popsán třemi základními kroky:

- $FeCl_3$  atakuje hliník
- Jakmile se leptací činidlo dostane k povrchu vzorku, začne přesun elektronů
- Následuje migrace zkorodovaných Fe iontů a dalších vznikajících prvků do leptacího roztoku

Hloubka leptání je ovlivněna (mimo jiné) teplotou. Největší hloubky leptání je dosaženo při 50 °C, což je způsobeno chemickou aktivací: leptací roztok se stává více aktivní vzhledem k naleptávání povrchu. Na tuto skutečnost je nutno brát zřetel, zejména proto, že při vyšších teplotách dochází ke zvyšování drsnosti povrchu. Pokud je nutno dosáhnout hladkého povrchu, měly by se teploty držet u nižších hodnot, např. 20 °C. [7]

Pro stabilní leptání hliníku, kdy povrch vzorku je rovnoměrně odleptán, je vhodné použít leptací čas 5 minut a vyšší.

Pokud bychom měli shrnout získané poznatky pro tento přístup leptání: při vyšších teplotách a delším čase leptání dochází ke generaci drsného povrchu oproti nižším teplotám a nižším časům leptání.

Hlavní výhodou tohoto přístupu leptání je snadná kontrolovatelnost a zejména jednoduchost celého procesu. [7] [29]

### 3.3 Leptání pomocí hydroxidu sodného a kyseliny dusičné

Leptání hliníku pomocí vodného roztoku hydroxidu sodného je nejčastějším způsobem chemického leptání hliníku vůbec. Roztok hydroxidu může být obohacen o aditiva, ale lze leptat i s čistým roztokem bez přídavku dalších látek.

Hydroxid sodný je používán zejména pro jeho čistící schopnosti, kdy odstraňuje povrchové nečistoty, oxidy, částice pocházející z výroby, mastnotu, ale také podpovrchové detrity. Hydroxid je vhodné použít před procesem anodizace. Díky leptání v hydroxidu sodném lze však i odstranit již anodizované vrstvy hliníku.

S délkou leptacího času je možné pozorovat matný finiš materiálu. Leptání pomocí roztoku hydroxidu je účinnou a zejména levnou metodou čištění. [18] [30]

Pomocí roztoku hydroxidu sodného s mořicí látkou lze provádět tzv. moření. Je to proces, při kterém dochází k odstranění hran mikroprofilu neboli zplošťování.

Moření je možno provádět ponořením hliníku do roztoku louhu o koncentraci 5 – 20 % v rozmezí teplot 70 – 100 °C po dobu 5 – 20 minut. Po tomto kroku se vzorek ponoří do kyseliny dusičné s koncentrací do 50 %, která zajistí odstranění hlinitanu sodného a zanechá tak povrch lesklý nebo matný v závislosti na leptacích parametrech. Poté se vzorek opláchne teplou vodou a nechá se volně oschnout při pokojové teplotě. Nevýhodou tohoto postupu je možnost vzniku skvrn na povrchu upravovaného materiálu. [31] [32]

Novější postupy popisují místo ponoření vzorků do leptacích roztoků jejich sprejování, což zajistí rovnoměrné leptání.

Při sprejování vzorku hydroxidem sodným dochází díky intenzivnímu postřiku k odstraňování vznikajícího hlinitanu sodného, protože sprejováním je neustále obnovována a odkrývána vrstva kovu. Takto upravený leptaný povrch již nevyžaduje úpravu vysoce koncentrovanou kyselinou dusičnou. Vzorek je poté umístěn do vodní mlhy, kde je omyt od leptacích roztoků a dále je osušen studeným i teplým vzduchem, jako prevence kondenzace par na povrchu vzorku.



Sprejování se jeví jak ekologicky, tak i ekonomicky výhodné, protože nejsou potřeba vysoké koncentrace roztoku kyseliny dusičné (stačí 10 – 15 %) a navíc se i krátí celková doba potřebná pro leptání. [31]

## 4 METODIKY FINÁLNÍ ÚPRAVY POVRCH HLINÍKU

### 4.1 Ochrana hliníku proti korozi

Hliník v běžném stavu velice snadno oxiduje – pokrývá se vrstvičkou oxidu hlinitého. K dispozici se nabízí řada možných úprav, která korozi zabraňuje, například chemická oxidace, anodická oxidace či nanášení organických vrstev.

Napříč těmito možnostmi ochrany se často používá chemická oxidace v roztoku chromanu, což je na jedné straně velmi jednoduché a zejména ekonomické řešení. Avšak na druhé straně je tento proces velmi environmentálně nešetrný, protože se z takto upraveného výrobku uvolňují nebezpečné látky. [33] [34] [35]

V praxi se používá nezměrné množství metod chránících hliník před korozi. V následujících podkapitolách budou probrány některé z nich.

#### 4.1.1 Ochrana pomocí nanášení organicko-anorganických vrstev

Organicko-anorganickým hybridním materiálům se v posledních letech věnuje stále více pozornosti vzhledem k jejich funkčnosti.

Tyto hybridní materiály se připravují hydrolýzou a kondenzací organicky modifikovaných silikátů s alkoxydovými prekurzory. Výsledný materiál tak disponuje vlastnostmi jak organických, tak anorganických materiálů. Organickou a anorganickou část spojují chemické vazby.

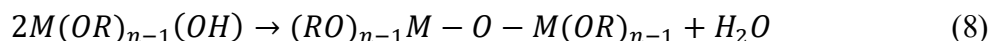
Zavedení organických funkčních skupin zajistí povrchu hydrofobitu. [36] [37]

Pro vytvoření husté a zároveň vysoce přilnavé vrstvy je nutné vytvořit kovalentní vazby Si-O-M mezi kovem (hliníkem) a hybridním sol-gelem.

V sol-gel procesu probíhají dvě rozdílné reakce; a to hydrolýza a kondenzace anorganických nebo organicko-kovových prekurzorů nejčastěji kovových alkoxydů  $M(OR)_n$ , kde R je organická (alkylová) skupina a M je kov. Rychlosti těchto dvou reakcí jsou závislé na koncentraci jednotlivých činidel a přítomnosti kyselých či zásaditých katalyzátorů. Běžně bývá alkoxyd rozpuštěn v alkoholu a hydrolyzován přidáním vody v kyselých, neutrálních nebo zásaditých prostředích podle následující rovnice (7). [36] [38]

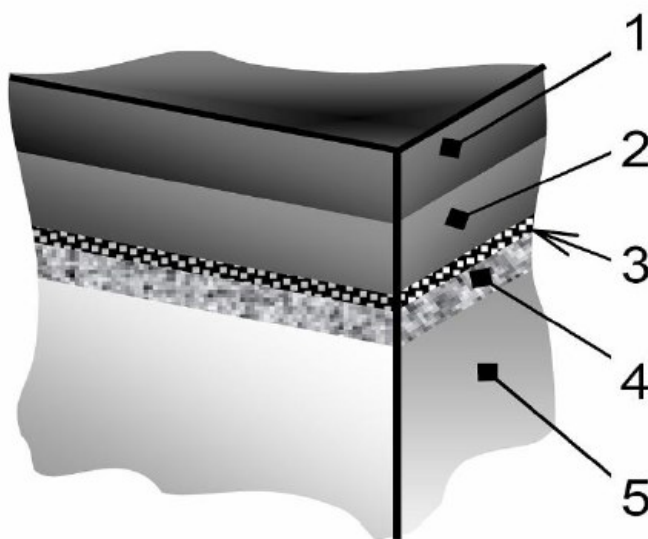


Hydrolyzované části poté kondenzují za vzniku polymerní sítě, což je patrné z rovnice (8).



Díky přítomnému oxidu hlinitému na povrchu hliníku, se ve vlhkém prostředí generují hydroxylové skupiny, které se dále mohou účastnit kondenzačních reakcí (rovnice 8) za vzniku chemické vazby M-O-Al, mezi kovem a hliníkem (nebo křemíkovým sol gelem). Tato chemická vazba se vyznačuje silnou interakcí vrstvy sol gelu s kovovým povrchem. [38]

Další výhodou těchto funkčních vrstev, viz. Obr. 6, je jejich odolnost. Běžné vrstvy na bázi polyuretanu nebo epoxidových pryskyřic mají životnost cca 3 roky. Poté je nutné je odstranit a přetřít, což je ekonomicky, ale i ekologicky značně nevýhodné. [38] Odolnost těchto vrstev proti korozi se ve většině případů testuje sprejováním pomocí slané roztoku. [39]



Obr. 6 – schéma rozložení funkčních vrstev na kovovém substrátu. (1 a 2 – speciální nátěrová vrstva tloušťky 20-30  $\mu\text{m}$ , 3 – vrstva  $\text{SiO}_2$  tloušťky 50-100  $\mu\text{m}$ , 4 – sol-gel vrstva s tloušťkou 5-13  $\mu\text{m}$ , 5 – kovový substrát). [39]

### 4.1.2 Depozice chemických vrstev pomocí plazmatu

Plasma-enhanced chemical vapor deposition (PE-CVD) je proces, při kterém nanášíme tenké filmy z plynu do pevného stavu na substrát.

Nevýhodou může být velká spotřeba plynu v porovnání s nízkotlakým plazmatem, což se může stát ekonomicky nevýhodné zvláště při použití vzácných plynů. Při plazmování v otevřené atmosféře se setkáváme s problémem nesnadné kontroly procesu a konečné funkce vrstvy z důvodů možných interakcí s okolním vzduchem. [40]

Pro depozice tenkých filmů se s výhodou používá dohasínajícího plazmatu – plazmový do-  
svit. K tomuto jevu dochází poté, co je odstraněn zdroj ionizace. Pro tyto účely se používá studená plazmová tryska. Výhodou použití plazmové trysky je možnost plazmování i rozměrnějších výrobků se složitou geometrií, jak nevodivých, tak vodivých materiálů. Další výhodou je minimalizace kontaktu mezi elektrodami a bází pro depozici vrstvy, což je důležitým předpokladem pro dlouhou životnost vzniklé vrstvy. [40]

V dostupné literatuře bylo plazmování provedeno dle následujících podmínek. Byla použita plazmová tryska, kterou byla provedena depozice funkční vrstvy za použití hexamethyldisiloxanu (HMDSO) jako prekurzoru. Tento systém nevyžaduje použití vzácných plynů a materiál je zpracováván v otevřené atmosféře.

Depozicí funkční vrstvy HMDSO pomocí plazmatu lze dosáhnout dvou funkcí: antikorozi vlastnosti a nízké adheze. [40]

## 4.2 Nanášení superhydrofobních vrstev

### 4.2.1 Teflonové vrstvy

Bylo zjištěno, že kontaktní úhel smáčení vody na hladkém hydrofobním povrchu (jako např. teflon) nepřesáhne 120 °. Pokud je však povrchu dodána specifická drsnost, kontaktní úhel smáčení lze zvýšit, a to i bez změny chemického složení. Takto upravené povrchy vykazují velmi vysoký kontaktní úhel smáčení a zároveň i jeho nízkou hysterezi. [41]

Jedním ze způsobů přípravy vhodného povrchu pro nanášení teflonové vrstvy je ponoření vzorků do vroucí vody. Tento postup zajistí vznik mikro - nano struktury na povrchu a vytváří tak vhodnou morfologii pro další úpravy.

Teflon je na takto upravený povrch nastříkován a studie dokazují výskyt fluorových skupin na povrchu vzorku, které účinně snižují povrchovou energii. Bylo zjištěno, že při ponoru do vroucí vody po dobu pěti minut a následném nastříknutí teflonové vrstvy, lze dosáhnout kontaktního úhlu smáčení  $164^\circ$  s nízkou hysterezí  $4^\circ$ . [42]

#### 4.2.2 Polypropylenové vrstvy

Aby mohl být povrch hliníku superhydrofobní, je nutné nanášet materiály s nízkou povrchovou energií, s ohledem na přirozenou hydrofilitu hliníkových slitin.

Polypropylen je zde využit zejména pro jeho snadnou dostupnost a nízkou cenu.

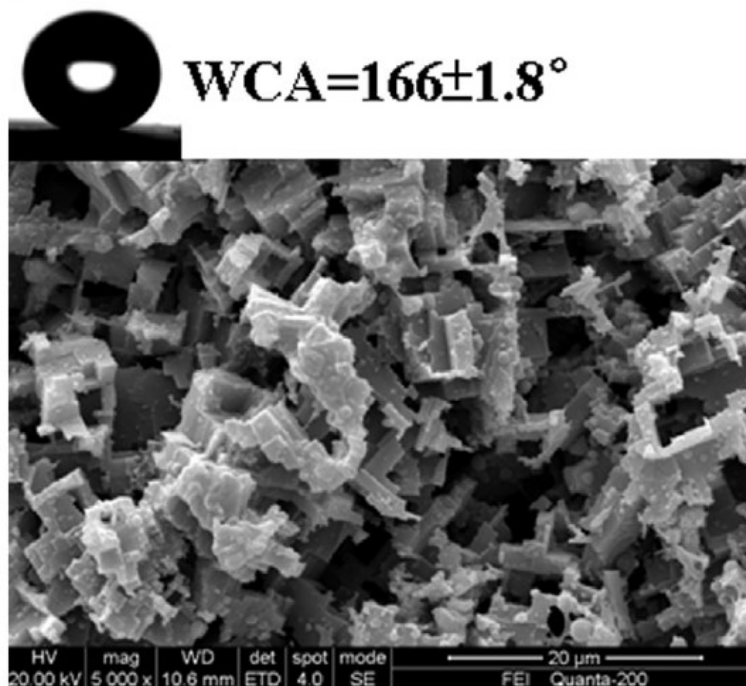
Aby byl polypropylen schopen přilnutí k hliníkovému vzorku, je třeba tento povrch nejdříve upravit leptáním pro vznik mikro – nano struktury. Zkoumaným faktorem pak zůstává nejen doba leptání v kyselině chlorovodíkové, ale také koncentrace polypropylenu v roztoku dimethylbenzenu, která se pohybuje kolem  $5 - 9$  g/l. V tomto případě lze dosáhnout kontaktního úhlu smáčení cca  $159^\circ\text{C}$ . [43]

#### 4.2.3 Depozice kyseliny stearové

Superhydrofobního efektu lze dosáhnout také depozicí kyseliny stearové na porézní nebo zdrsněný povrch hliníku, jak je uvedeno v dostupné literatuře [44] [45].

První literárně uvedený postup přípravy superhydrofobního povrchu pomocí kyseliny stearové je velmi jednoduchý a přesto efektivní.

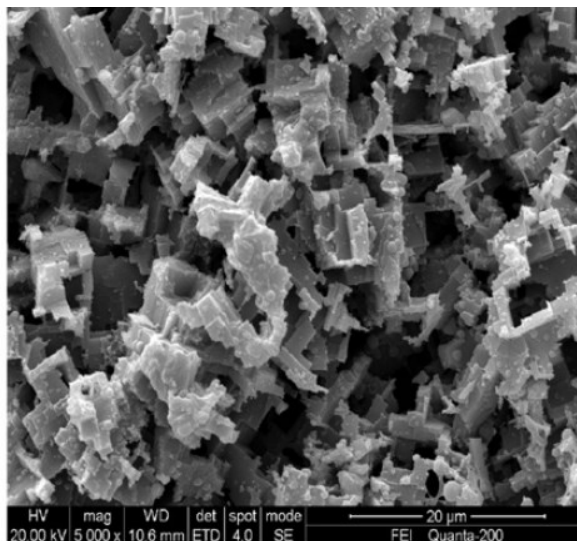
Jako substrát byla použita hliníková slitina o rozměru  $2 \times 2 \times 1$  mm. Povrch tohoto vzorku byl upraven brusným papírem o hrubosti 600, 800 a 1200 pro generaci strukturovaného povrchu. Dalším krokem je ponoření broušeného vzorku do ultrazvukové lázně etanolu po dobu 15 minut, která má za úkol odstranit zbytky broušeného materiálu. Poté byly tyto vzorky chemicky leptány v roztoku kyseliny šťavelové ( $0,08$  mol/l) a kyselině chlorovodíkové ( $1$  mol/l). Po vyjmutí vzorků z leptací lázně byly opláchnuty deionizovanou vodou a sušeny v sušárně při  $70^\circ\text{C}$ . Takto upravené a suché vzorky byly umístěny do roztoku kyseliny stearové v etanolu o koncentraci 1 hmotnostního procenta kyseliny stearové. V tomto roztoku byly vzorky ponechány po dobu 30 minut a dále byly sušeny při pokojové teplotě po dobu 24 hodin. Kontaktní úhel smáčení byl měřen optickým goniometrem.



Obr. 7 – SEM snímky připraveného povrchu pomocí chemického leptání, nad snímek povrchu je obraz kapky vody na povrchu upraveném pomocí roztoku kyseliny stearové [44].

Kontaktní úhel smáčení na takto výše uvedeném postupu úpravy povrchu byl  $(166 \pm 1,8)^\circ$ . Vzniklá struktura na povrchu hliníku (viz Obr. 7) je svými vlastnostmi podobná lotosovému listu.

Druhým literárně dostupným postupem je leptání vzorku hliníkové slitiny ve vodném roztoku kyseliny octové, kyseliny šťavelové (0,08 mol/l) a kyselině chlorovodíkové (1 mol/l) o objemovém poměru 1:1:1. Po této leptací lání byly vzorky stabilizovány v roztoku  $\text{KMnO}_4$  po dobu jedné hodiny. Takto stabilizovaný vzorek byl následně vložen do roztoku kyseliny stearové o hmotnostní koncentraci 1 % po dobu 30 minut pro snížení povrchové energie, viz. Obr. 8.



Obr. 8 – SEM snímek vzorku hliníku leptaného ve výše uvedené leptací lázni k. octové, k. šťavlové a k. chlorovodíkové [45].

Po vyjmutí vzorku z roztoku kyseliny stearové byl změřen statický kontaktní úhel smáčení vody, viz. Obr. 9, na povrchu upraveného hliníkového vzorku, jehož velikost byla  $(160 \pm 1,8)^\circ$ .

Výše uvedené přístupy popisují relativně jednoduché postupy příprava superhydrofobních povrchů na hliníkových površích.



Obr. 9 – vzhled kapky vody na povrchu hliníku upraveném pomocí chemického leptání a následné depozici kyseliny stearové se statickým kontaktním úhlem smáčení  $(160 \pm 1,8)^\circ$ . [45].

#### 4.2.4 Generování superhydrofobního povrchu pomocí fluoralkyl-silanu

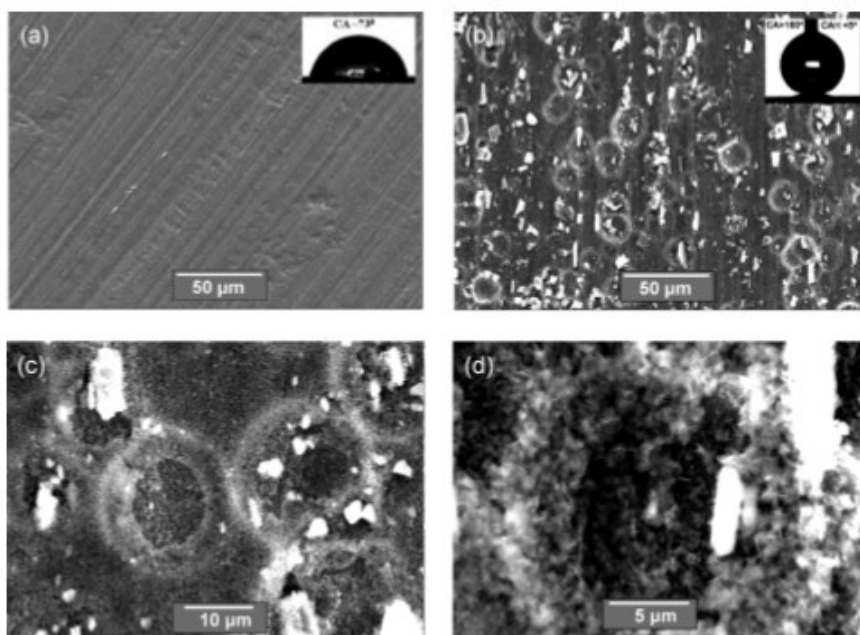
Jak bylo zmiňováno výše pro generování superhydrofobního povrchu je potřeba dvoukrokového procesu, kdy prvním krokem je vytvoření mikro/nano struktury na povrchu vzorku a dále depozice vrstvy, která výrazně sníží povrchovou energii vzorku. [44] [45]

Na tomto místě však bude prezentován postup jednokrokový, což výrazně snižuje časovou náročnost přípravy superhydrofobního povrchu. [46]

Nejdříve je potřeba vzorek hliníku ošetřit v ultrazvukové lázni liquinoxu o koncentraci 1 % po dobu 10 minut. Po této ultrazvukové lázni následovala další, s rozdílem, že ultrazvukovým médiem byla deionizovaná voda (po dobu 10 minut).

Po této jednoduché úpravě následovalo ponoření vzorku do roztoku hydroxidu sodného a fluoralkyl-silanu o molární koncentrace 0,2 mol/l po dobu 15 minut.

U takto upraveného povrchu, viz. Obr. 10, byl měřen kontaktní úhel smáčení povrchu vodou s výslednou hodnotou  $(164 \pm 3)^\circ$ .



Obr. 10 – SEM snímky povrchu vzorku upraveném v roztoku hydroxidu sodného a fluoralkyl-silanu. (a) původní povrch, (b) povrch po působení NaOH a fluoralkyl-silanu, (c) a (d) přiblížení struktury povrchu hliníku vzniklé po působení NaOH a fluoralkyl-silanu na vzorek hliníku. [46].



## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 5 MATERIÁLY A METODY

### 5.1 Příprava vzorků hliníku

Pro přípravu veškerých vzorků byl použit hliníkový plech o tloušťce 1 mm, který byl povrchově upraven pískováním pomocí korundu, tak abychom na jeho povrchu generovali co největší drsnost ( $R_a > 6 \mu\text{m}$ ). Tento plech byl dále stříhán pomocí hydraulických a pákových nůžek na pláty o délce 10 cm a šířce 2 cm, respektive 2 x 1 cm s ohledem na velikost držáku pro skenovací elektronový mikroskop.

Vzorky byly před každým experimentem zbaveny nečistot a to tak, že byly opláchnuty ultračistou vodou, následně acetonem a opět ultračistou vodou. Takto očištěné a odmaštěné vzorky byly volně ponechány při pokojové teplotě (cca 23 °C) až do úplného oschnutí.

#### 5.1.1 Prvkové složení použitého hliníkového plechu

Z hlediska prvkového složení nutno konstatovat, že upravovaným materiálem nebyl pouze čistý hliník nýbrž jeho slitina. Složení použitého typu hliníku bylo již dříve ověřeno v rámci diplomové práce Radka Gajdošika [47]. Toto složení bylo stanovováno pomocí EDXRF (Energy Dispersive XRF Spectroscopy) techniky, viz. data v Tab. 1. Tato analytická metoda je ideální jak pro kvalitativní (prvkové složení), tak i kvantitativní analýzu (zastoupení jednotlivých prvků) vzorků.

Tab. 1 – EDXRF analýza použitého hliníku [47]

Prvek	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

### 5.2 Příprava leptacích lázní a leptání vzorků

Směsné lázně kyselin, alkoholů, solí, či jiných organických a anorganických sloučenin byly připravovány ve skleněných kádinkách v prostoru digestoře. Následně probíhala jejich temperace na požadovanou teplotu (25 až 90 °C) v sušárně Memmert po dobu 20 minut.

Stejně jako leptací lázně byly dané vzorky Al před každým experimentem temperovány na požadovanou teplotu (25 až 90°C) po dobu 5 minut. Po vytemperování byly vzorky ihned vloženy do leptací lázně na předem stanovenou dobu. Po uplynutí leptací doby, byly vzorky vyjmuty pinzetou a důkladně opláchnuty ultračistou vodou. Vzorky byly následně sušeny na volném vzduchu při pokojové teplotě. Vzorky byly následně skladovány v uzavíratelných LD-PE sáčkách v exikátoru při pokojové teplotě.

### 5.3 Příprava hydrofobních povrchů, depozice kyseliny stearové

Upravované povrch byly hydrofobizovány pomocí kyseliny stearové. Kyselina stearová byla rozpouštěna v etanolu nebo ve směsi etanolu s vodou (v hmotnostním poměru 1:1) při 60 °C v sušárně Memmert po dobu 20 minut. Následně byly do takto připravených roztoků vloženy vzorky hliníku a ponechány v této lázni po dobu od 20 minut do 29 hodin za konstantní teploty 23 °C nebo 60 °C. Po uplynutí předem stanovené doby působení kyseliny stearové byly vzorky vyjmuty a následně omyty etanolem a ultračistou vodou. Po tomto kroku byly vzorky ponechány při pokojové teplotě (23 °C) po dobu 30 minut. Takto připravené, suché vzorky byly skladovány v LD-PE sáčkách v exikátoru.

### 5.4 Použité chemikálie

Veškeré chemikálie byly pořízeny od společnosti Sigma-Aldrich. Dále byla používána ultra čistá voda s odporem 18,2 MΩ.cm, vyrobená pomocí přístroje Direct-Q® 3UV.

V rámci experimentů byly použity následující chemikálie:

- Kyselina fosforečná p.a. (koncentrace 85%)
- Kyselina dusičná p.a. (koncentrace 65%)
- Kyselina sírová p.a. (koncentrace 96%)
- Kyselina chlorovodíková p.a. (koncentrace 37%)
- Aceton p.a.
- NaOH p.a.
- Metanol p.a.
- Dusičnan sodný p.a.
- Dusitan sodný p.a.
- Kyselina stearová p.a. (min. 90 %)
- Kyselina chromsírová p.a.

## 5.5 Charakterizace připravených povrchů

V této podkapitole kapitole budou popsány použité přístroje a parametry charakterizace změn povrchového reliéfu a smáčivosti povrchu.

### 5.5.1 Skenovací elektronová mikroskopie (SEM)

Pro charakterizaci vzhledu povrchu vzorků byl použit skenovací elektronový mikroskop (SEM) Phenom PRO od společnosti Phenom World. Měření bylo provedeno v režimu zpětně odražených elektronů. S ohledem na vysoko elektrickou vodivost charakterizovaných hliníkových vzorků byl zvolen standardní držák s terčíkem, na který byl pomocí uhlíkové oboustranné pásky připevněn vzorek o rozměrech 2 x 1 cm. Pro všechny měření bylo použito urychlovací napětí 10 kV. Byly zobrazovány plochy o rozměru 268 x 268  $\mu\text{m}$  či 134 x 134  $\mu\text{m}$ .

### 5.5.2 Mikroskopie atomárních sil

Pro charakterizaci změn povrchové topografie byl použit mikroskop atomárních sil (Atomic Force Microscopy - AFM) NTEGRA Prima od společnosti NT-MDT, viz Obr. 11. Vybrané typy vzorků byly měřeny v poklepovém režimu AFM v prostředí vzduchu. Pro všechna měření byla použita silikon nitridová sonda NSG01 od společnosti NT-MDT. Byly skenovány plochy o rozměru 30x30  $\mu\text{m}$  nebo 7x7  $\mu\text{m}$  s rozlišením 512 x 512 dpi a rychlostí 0,5-1 Hz.

### 5.5.3 Kontaktní profilometrie

Pro určení průměrné hodnoty povrchové drsnosti ( $R_a$ ) byl použit kontaktní profilometr DiaVite DH-8 od společnosti DiaVite, který je opatřen měřícím hrotem o poloměru křivosti 2  $\mu\text{m}$ . Povrchový profil byl zaznamenáván po dráze 4 mm na třech rozdílných místech charakterizovaného vzorku.

### 5.5.4 Měření kontaktního úhlu smáčení

Změny kontaktních úhlů smáčení připravených vzorků vodu byly charakterizovány pomocí přístroje Krüss Drop Shape Analyzer DSA30. Na každý vzorek o rozměru 2 x 1 cm bylo postupně nanášeno 5 kapek ultračisté vody v objemu 2  $\mu\text{l}$  nebo 15  $\mu\text{l}$ .



Obr. 11 – použité přístroje pro charakterizaci připravených vzorků: A – skenovací elektronový mikroskop Phenom Pro; B – kontaktní profilometr DiaVite DH-8; C – přístroj pro měření kontaktního úhly smáčení Krüss Drop Shape Analyzer DSA30; D – mikroskop atomárních sil NTEGRA Prima od firmy NT-MDT

## 6 VÝSLEDKY A DISKUZE

### 6.1 Vliv procesních podmínek leptání na změnu povrchové drsnosti a vzhled povrchu hliníku

V rámci této části výsledků budou diskutovány proměnné ovlivňující změny povrchové drsnosti a vzhledu povrchu upravovaných vzorků hliníku.

Mezi klíčové procesní proměnné leptání hliníku patří čas, teplota, složení leptacích lázní a vzájemný poměr leptacích činidel.

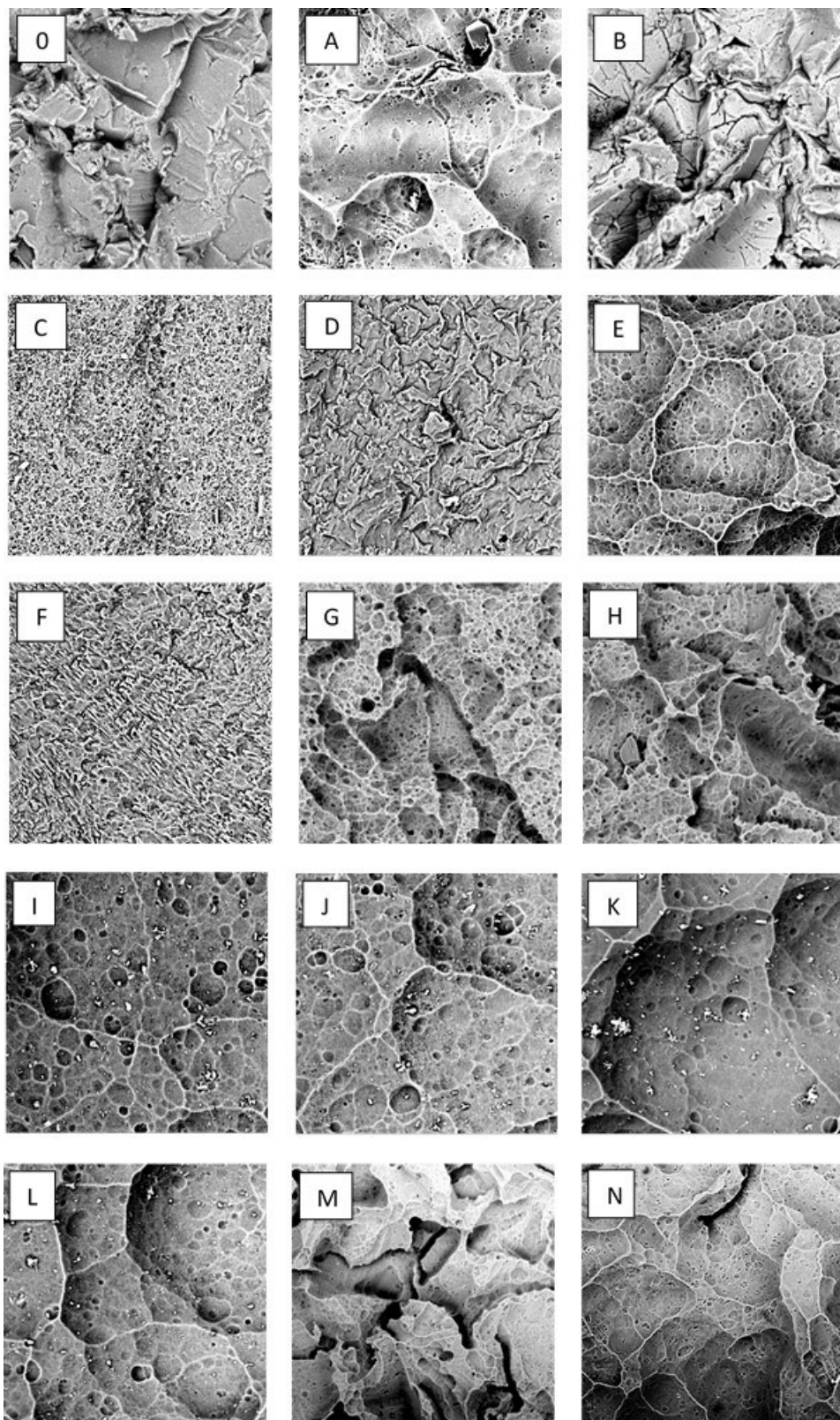
Tyto parametry mají zásadní vliv nejen na vzhled povrchu a jeho drsnost, ale také na rychlost, s jakou dochází k úbytku hmotnosti upravovaného materiálu.

#### 6.1.1 Srovnání vlivu složení leptacích lázní na změnu charakteristik upravovaných vzorků hliníku

V následujícím přehledu, viz. Tab. 2, je uveden vliv složení leptací lázně na změnu povrchové drsnosti pískovaných vzorků. Všechny srovnávané vzorky byly leptány za stejné teploty (70 °C) po dobu 4 minut.

*Tab. 2 – Vliv složení leptacích lázní na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků pískovaného hliníku.*

vzorek	složení leptací lázně	Obj. poměr chemikálií	Ra [ $\mu\text{m}$ ]	T [°C]	t [min]
O	původní vzorek	-	6,6 ± 0,4	-	-
A	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	-	6,7 ± 0,7	70	4
B	HNO <sub>3</sub>	-	5,2 ± 0,6	70	4
C	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HCl	1 : 1	4,7 ± 0,9	70	4
D	HNO <sub>3</sub> : HCl	1 : 1	2,6 ± 0,8	70	4
E	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HNO <sub>3</sub>	1 : 1	7,5 ± 2,2	70	4
F	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HNO <sub>3</sub> : HCl	1 : 1 : 1	2,7 ± 0,5	70	4
G	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HNO <sub>3</sub> : HCl : H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1 : 1 : 1 : 0,4	5,3 ± 0,8	70	4
H	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HNO <sub>3</sub> : HCl : H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> : H <sub>2</sub> O	1 : 1 : 1 : 0,4 : 0,4	5,6 ± 0,7	70	4
I	NaOH	1 M	6,0 ± 2,4	70	4
J	NaOH : NaNO <sub>2</sub>	5 : 8	4,9 ± 0,8	70	4
K	NaOH : NaNO <sub>3</sub>	5 : 2	7,5 ± 0,7	70	4
L	NaOH : NaNO <sub>2</sub> : NaNO <sub>3</sub>	5 : 8 : 2	6,8 ± 1,5	70	4
M	H <sub>2</sub> O : HNO <sub>3</sub> : H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> : NaNO <sub>3</sub>	10 : 9,8 : 7,8 : 6 : 4g	6,0 ± 0,4	70	4
N	HNO <sub>3</sub> : H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1 : 1 : 1	5,2 ± 0,2	70	4



Obr. 12 – Změny vzhledu povrchu hliníku po působení lázní o rozdílném složení. Obrázky byly pořizeny pomocí SEM. Označení obrázků koresponduje s daty uvedenými v Tab. 2. Zobrazená plochy mají rozměr 134 x 134  $\mu\text{m}$ .

Z dat uvedených v Tab. 2 a porovnání povrchů na Obr. 12 plyne, že největší redukce povrchové drsnosti je dosaženo použitím směsi kyseliny dusičné a chlorovodíkové nebo dusičné chlorovodíkové a fosforečné, kde povrchová drsnost klesá z původních 6,6 na 2,6  $\mu\text{m}$ . To znamená, že volba kompozice leptací směsi je zcela zásadní proměnnou chceme-li co nejvíce redukovat povrchovou drsnost upravovaného vzorku. Mimo to byly zjištěny ještě některé další směsi kyselin nebo zásad mající významný vliv na redukci povrchové drsnosti hliníku, jak bude diskutováno dále.

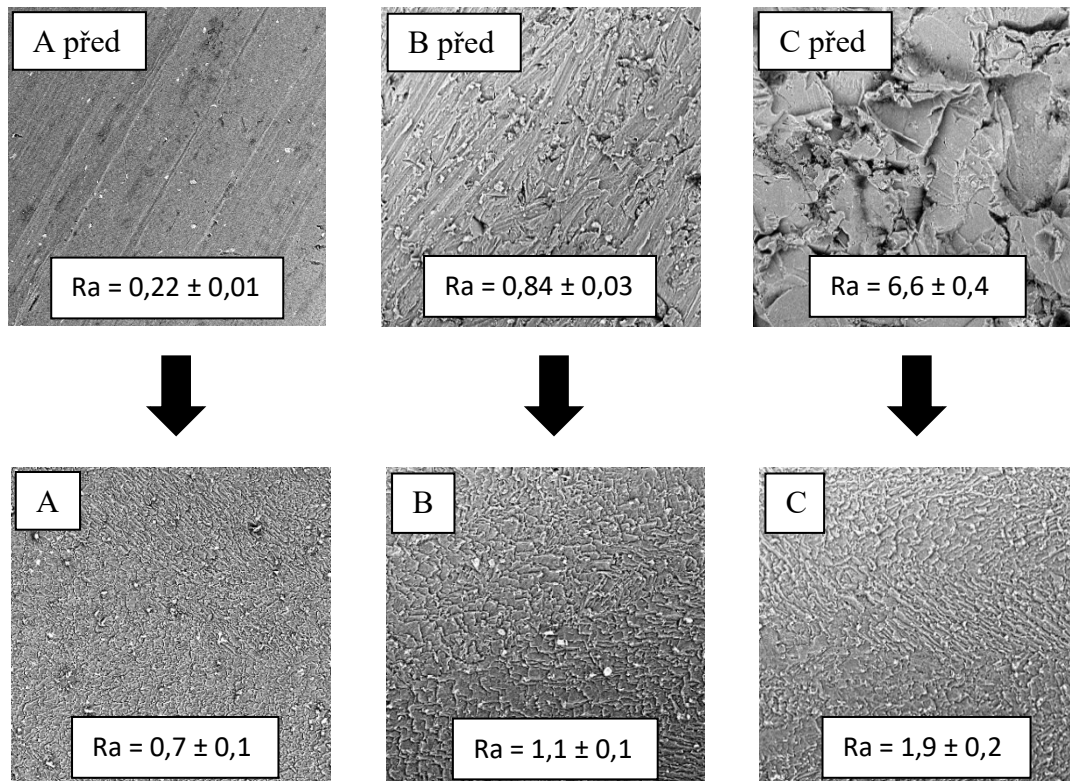
### 6.1.2 Vliv drsnosti výchozího povrchu na průběh leptání hliníku

Povrchová drsnost výchozího materiálu, který má být upravovaný, je nezanedbatelnou proměnnou, jak bylo dříve diskutováno v diplomové práci R.Gajdošíka [46]. V této podkapitole bude řešeno, jaký vliv má výchozí povrch na další leptání vzorku. V rámci této podkapitoly nejsou prezentovány takové leptací lázně, jež mají za následek význam této proměnné podobně jak bylo diskutováno v diplomové práci R.Gajdošíka [46]. Je zde prezentována pouze skutečnost, že pokud vhodně vybereme leptací lázeň, což vyplynulo z celé řady experimentů, není zcela zásadní, jaký typ výchozího povrchu máme. Jinými slovy byla hledána taková lázeň, která umožní nezávisle na předešlé historii vzorku upravit povrch do srovnatelné podoby. Pro tyto účely se jeví jako optimální směs metanolu, kyseliny dusičné a chlorovodíkové, jak je naznačeno v Tab. 3 a na Obr. 13. Z Tab. 3 je patrné, že výchozí povrch válcovaného vzorku vykazuje nejnižší hodnotu povrchové drsnosti. Po procesu leptání se tato drsnost zvyšuje, zatímco u pískovaného se výrazně snižuje z 6,6 na 1,9  $\mu\text{m}$ . Tyto protichůdné jevy jsou v souladu s výše naznačeným cílem, připravit povrch s podobnou povrchovou drsností.

Tab. 3 - – Vliv výchozího povrchu na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků Al.

Vzorek	původní povrch	Ra před leptáním [ $\mu\text{m}$ ]	leptání	Ra po leptání [ $\mu\text{m}$ ]
A	válcovaný povrch	0,22 $\pm$ 0,01	mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl v obj. poměru 1:1:1 t = 5 minut T = 23 °C	0,7 $\pm$ 0,1
B	broušený vzorek brusným papírem s hrubostí 240	0,84 $\pm$ 0,03		1,1 $\pm$ 0,1
C	pískovaný vzorek	6,6 $\pm$ 0,4		1,9 $\pm$ 0,2



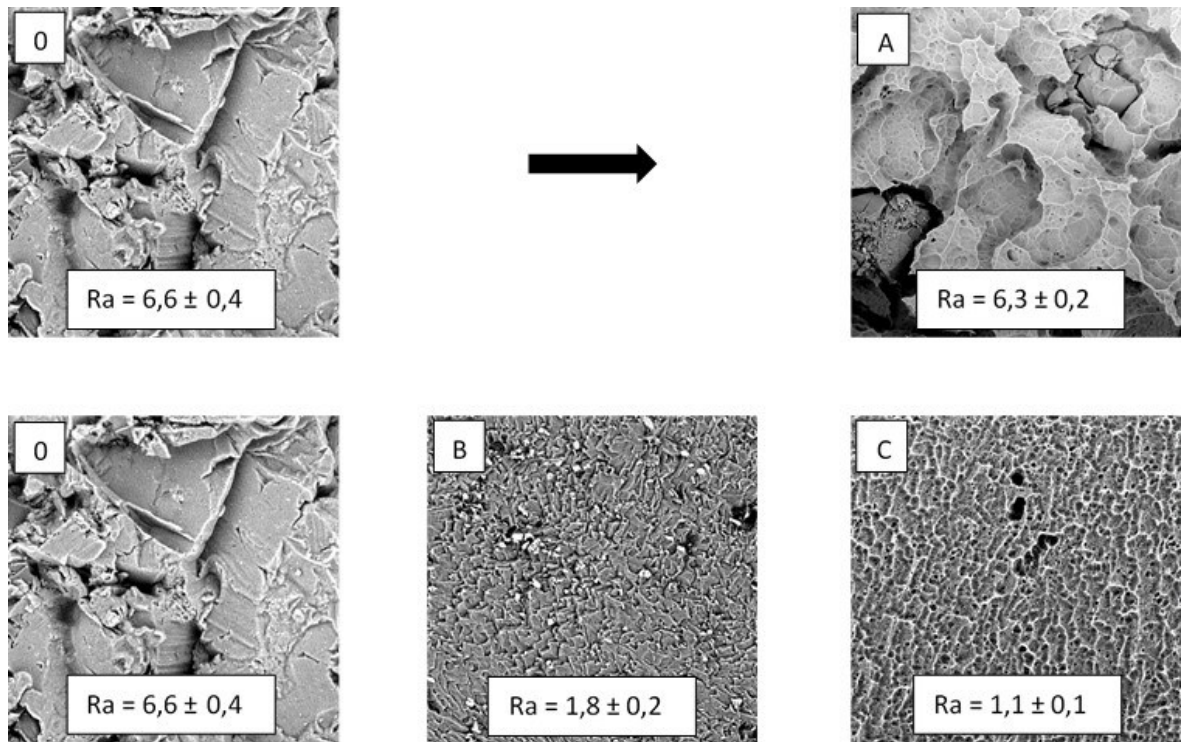


Obr. 13 - Vliv výchozího povrchu na změnu vzhledu Al. Popis jednotlivých obrázků koresponduje s daty uvedenými v Tab. 3. Velikost vyobrazených ploch pomocí SEM odpovídá rozměrům 134 x 134  $\mu\text{m}$ .

### 6.1.3 Vliv počtu a souslednosti kroků opakovaného leptání

Další zásadní proměnnou, je skutečnost zda provádíme leptání v jednom nebo více krocích. Více kroková úprava má celou řadu nesporných výhod, jak bude demonstrováno na níže uvedených výsledcích. Pomocí více krokových postupů lze daleko lépe variovat nejen povrchovou drsnost, ale především vzhled a typ vznikajících povrchových struktur, viz srovnání dat v Tab. 4 a 5 a na Obr. 14 a 15.

Na výsledcích prezentovaných na Obr. 14 a v Tab. 4 je mimo vlivu více krokového leptání ukázána další významná proměnná, a to souslednost kroků leptání - není jedno, jakou leptací směsí se začne a kterou končí. Použijeme-li pouze vodnou směs kyselin s dusičnanem sodným dochází pouze k mírné změně povrchového vzhledu a povrchová drsnost se téměř nemění. Zařadíme-li však jako první krok leptání směs kyseliny dusičné, chlorovodíkové a metanolu dochází k postupné redukci povrchové drsnosti až k hodnotě  $Ra = 1,1 \mu\text{m}$  a přitom vzniká charakteristická, reprodukovatelná povrchová struktura, jak bude diskutováno dále.



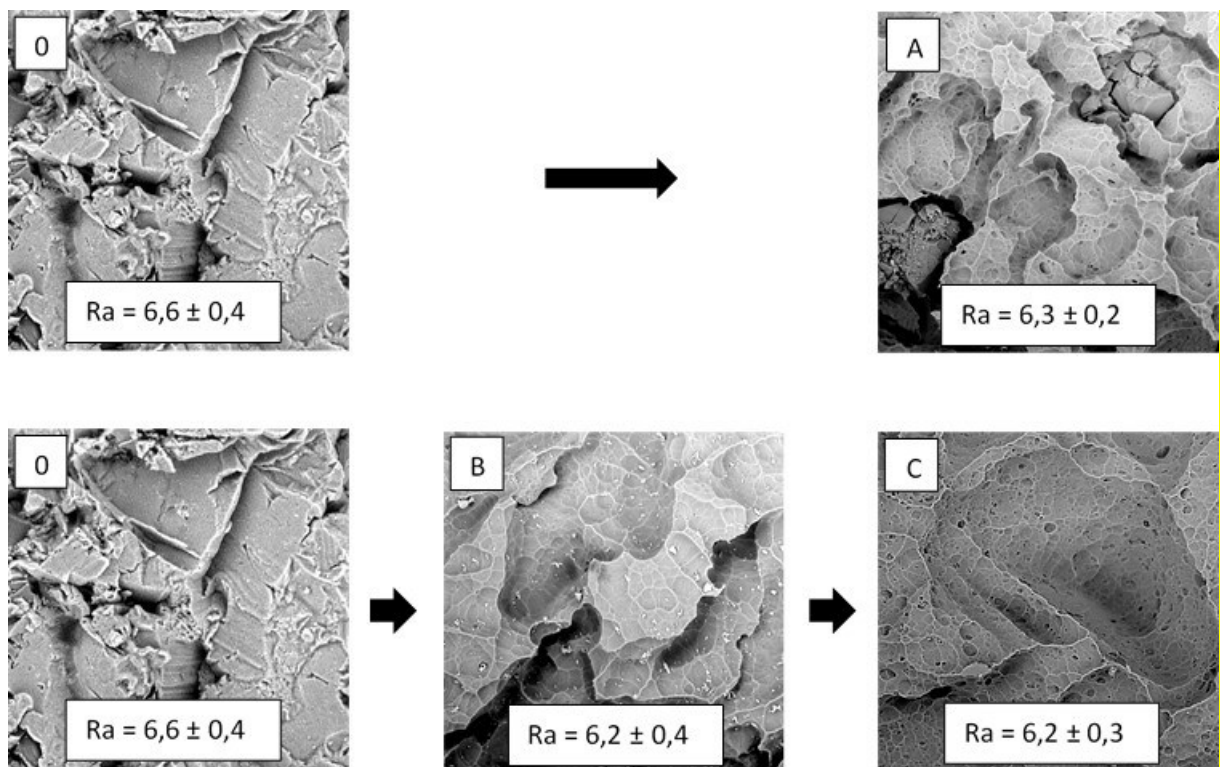
Obr. 14 – Porovnání vlivu souslednosti vícekrokového leptání na změnu vzhledu povrchu pískovaného hliníku. SEM snímky jednotlivých vzorků odpovídají specifikacím uvedeným v Tab. 4, vyobrazené plochy odpovídají rozměrům  $134 \times 134 \mu\text{m}$ .

Tab. 4 – Vliv počtu a souslednosti kroků leptání na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků Al.

Vzorek	1. krok leptání	2. krok leptání	teplota [°C]	čas [min]	Ra [ $\mu\text{m}$ ]
0	-	-	-	-	$6,6 \pm 0,4$
A	-	10 ml H <sub>2</sub> O 9,8 ml HNO <sub>3</sub> 7,8 ml H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 6 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4g NaNO <sub>3</sub>	80	3	$6,3 \pm 0,2$
B	mOH : HCl : HNO <sub>3</sub> v poměru 1:1:1	-	23	3	$1,8 \pm 0,2$
C	mOH : HCl : HNO <sub>3</sub> v poměru 1:1:1 T = 23 °C t = 3 minuty	10 ml H <sub>2</sub> O 9,8 ml HNO <sub>3</sub> 7,8 ml H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 6 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4g NaNO <sub>3</sub>	80	3	$1,1 \pm 0,1$

Výsledky prezentované na Obr. 15 a v Tab. 5 prezentují druhý postup více krokového leptání, kde místo směsi metanolu, kyseliny chlorovodíkové a dusičné byl použit pouze hydroxid sodný. Z těchto výsledků je patrné, jak zásadní je první krok leptání ve vícekrokovém postupu. Zvolíme-li špatnou výchozí leptací směs, nelze výrazněji redukovat povrchovou drsnost, mění se pouze charakteristický vzhled povrchu, viz srovnání Obr. 15 A a C.

**Poznámka:** Data v jednotlivých tabulkách kromě značení vzorků a uvedení konečných hodnot parametru Ra, uvádějí rovněž složení jednotlivých leptacích lázní, teplotu a celkový čas leptání.



Obr. 15 - Porovnání vlivu souslednosti vícekrokového leptání na změnu vzhledu povrchu pís-kovaného hliníku – použití nevhodného výchozího leptadla. SEM snímky jednotlivých vzorků odpovídají specifikacím uvedeným v Tab. 5, vyobrazené plochy odpovídají rozměrům  $134 \times 134 \mu\text{m}$ .

Tab. 5 - Vliv počtu a souslednosti kroků leptání na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků Al – použití nevhodného výchozího leptadla.

Vzorek	1. krok leptání	2. krok leptání	teplota [°C]	čas [min]	Ra [μm]
0	-	-	-	-	6,6 ± 0,4
A	-	10 ml H <sub>2</sub> O 9,8 ml HNO <sub>3</sub> 7,8 ml H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 6 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4g NaNO <sub>3</sub>	80	3	6,3 ± 0,2
B	30 hm. % NaOH t = 5 minut T = 23 °C	-	80	3	6,2 ± 0,4
C	30 hm. % NaOH t = 5 minut T = 23 °C	10 ml H <sub>2</sub> O 9,8 ml HNO <sub>3</sub> 7,8 ml H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 6 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4g NaNO <sub>3</sub>	80	3	6,2 ± 0,3

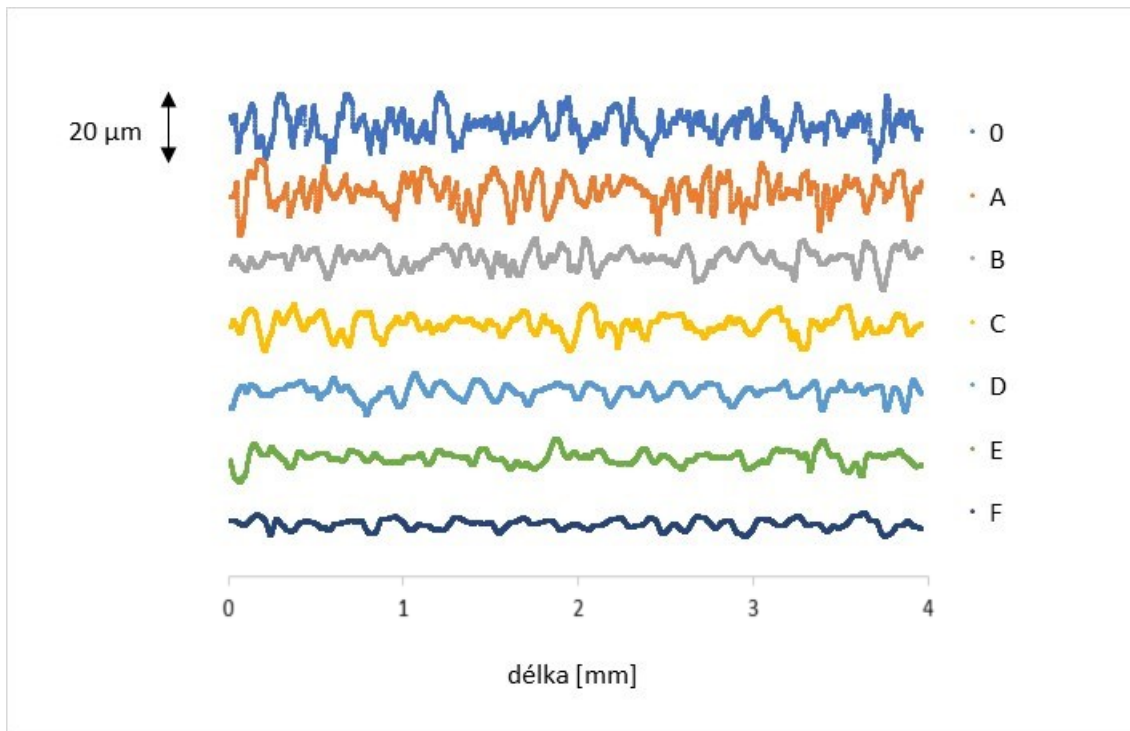
#### 6.1.4 Vliv doby leptání

V této kapitole bude popsán vliv délky leptání na výsledný vzhled vzorku, změnu jeho drsnosti a procentuální váhový úbytek materiálu pro dvě rozdílné teploty leptání 90 a 100 °C.

V rámci níže uvedených experimentů byl opět použit více krokový postup leptání, který obecně vede k výrazné redukci povrchové drsnosti upravovaných materiálů. Byl použit postup, kde v prvním kroku probíhalo leptání pomocí vodného roztoku NaOH. Hydroxid sodný byl použit záměrně, aby bylo ukázáno, že není zcela pravda, že je nevhodným leptacím činidlem jak je uvedeno v podkapitole 6.1.3. Použijeme-li po NaOH vhodnou směs kyselin (fosforečná, dusičná a sírová), zvýšíme teplotu a prodloužíme čas, můžeme pozorovat výrazný pokles povrchové drsnosti, jak plyne z Tab. 6 a 7, Grafu 1 a 2 a Obr. 16 až 18.

Tab. 6 – Vliv času leptání na změnu povrchové drsnosti a váhový úbytek vzorků Al.

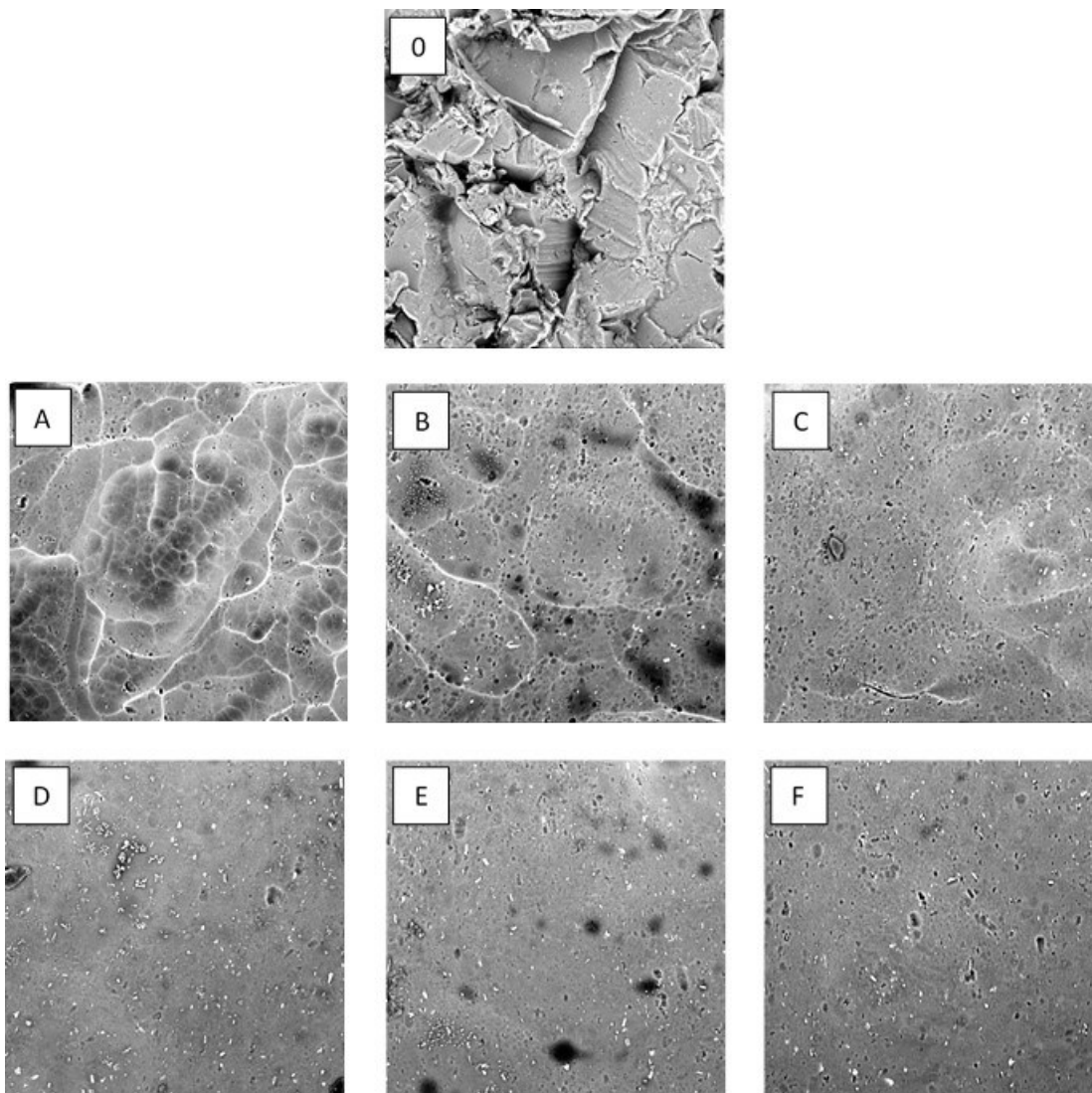
Vzorek	1. krok leptání	2. krok leptání	teplota [°C]	čas [min]	Ra [ $\mu\text{m}$ ]	váhový úbytek [%]
srovnávací vzorek 0	-	-	-	-	$6,6 \pm 0,4$	-
A	30 hm. % NaOH (Vodný roztok) t = 5 minut T = 23 °C	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> v poměru 7:1:2	90	1	$6,5 \pm 0,4$	5
B			90	2	$4,7 \pm 0,3$	6
C			90	4	$4,6 \pm 0,6$	8
D			90	5	$3,3 \pm 0,1$	13
E			90	6	$3,2 \pm 0,2$	12
F			90	8	$2,2 \pm 0,2$	15



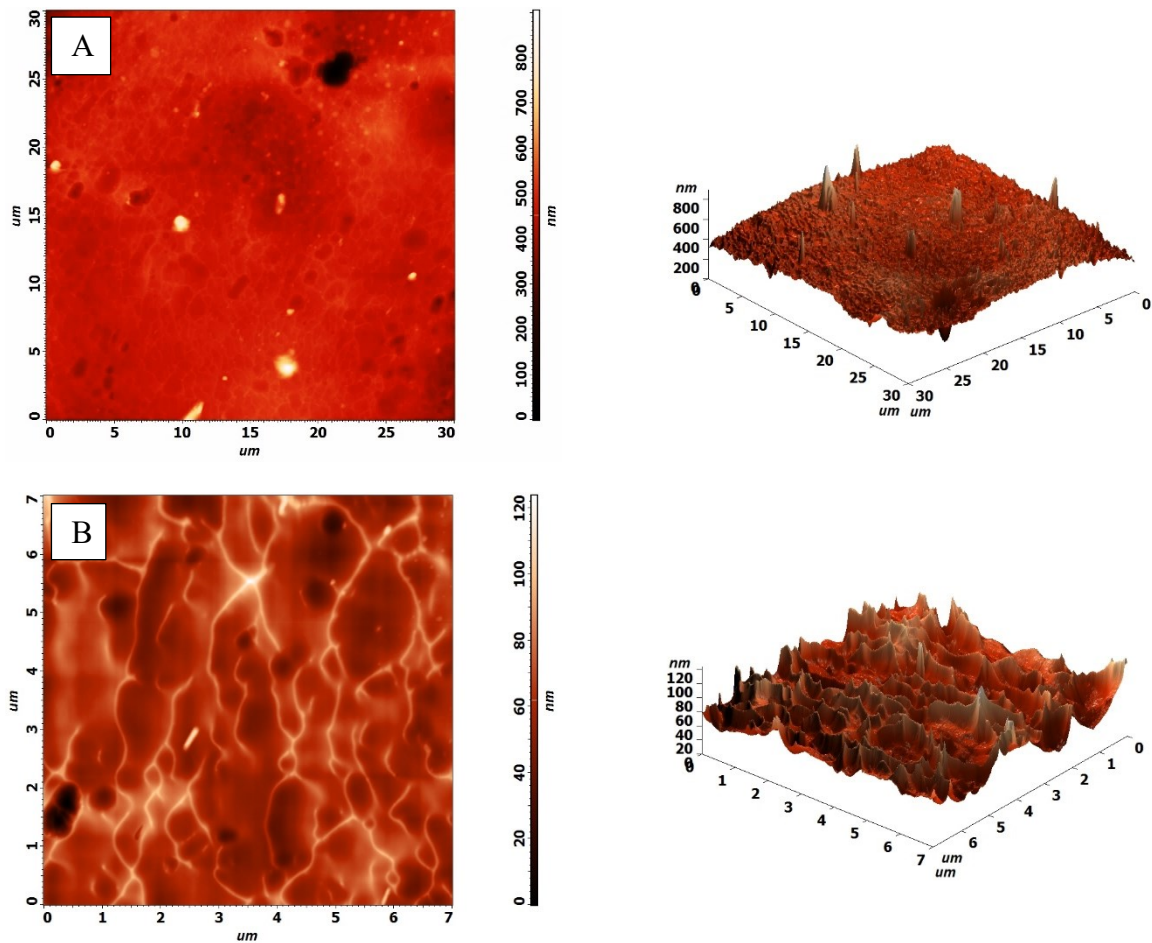
Graf 1 – Srovnání profilových řezů jednotlivých vzorků Al definovaných v Tab. 6.

Jak plyne z Tab. 6, s rostoucí dobou leptání klésá povrchová drsnost, což je názorně vidět z grafu 1, porovnáme-li vzorky A až F. Na druhou stranu, nesporným faktem zůstává, že s delší dobou leptání roste váhový úbytek materiálu, kde již po jedné minutě druhého kroku leptání lze pozorovat 5% pokles hmotnosti upravovaného vzorku.

**Poznámka:** Teplota a čas leptání uvedený v Tab. 6 a 7 se vztahuje k druhému kroku leptání.



*Obr. 16 - Vliv času leptání na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al při teplotě 90 °C. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 6. Rozměr vyobrazených SEM snímků je 134 x 134  $\mu\text{m}$ .*



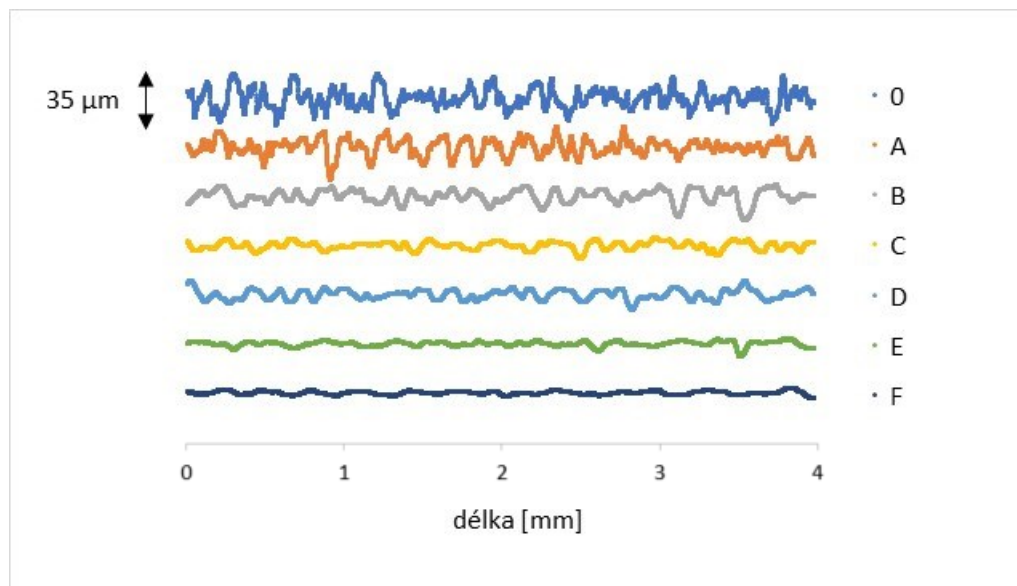
Obr. 17 – Zobrazení vzorku F (z obr. 14) pomocí AFM (A) při menším a (B) při větším zvětšení. Obrázky vlevo jsou 2D, vpravo jsou uvedeny ty samé obrázky ve 3D.

Na Obr. 17 jsou vyobrazeny výškové změny zaznamenané pomocí AFM pro vzorek F (z Obr. 16). Porovnáním obrázku z AFM s obrázkem ze SEM, lze konstatovat, že pozorované struktury se podobají. Mimo to, obrázek z AFM poskytuje stejně jako záznam z profilometru viz. Graf 1 a 2 přesné informace o výškových změnách na povrchu leptaného hliníku.

Zvýšení teploty leptání na 100 °C má dle předpokladu za následek zrychlení procesu leptání, což se projevuje dále výraznějším poklesem povrchové drsnosti, jak plyne z dat uvedených v Tab. 7, na Obr. 18 a grafu 2. Negativní skutečností je fakt, že s rostoucí rychlostí leptání dochází k velmi rychlému poklesu celkové váhy vzorku. Tyto vzájemně provázané změny nejlépe vystihuje Graf 3 a 4. Ve zmíněném Grafu 3 je popsán úbytek váhy vzorku v čase pro dvě rozdílné teploty leptání. Graf 4 znázorňuje pokles povrchové drsnosti v čase pro dvě teploty leptání. V prvním přiblížení můžeme tyto závislosti považovat za lineární.

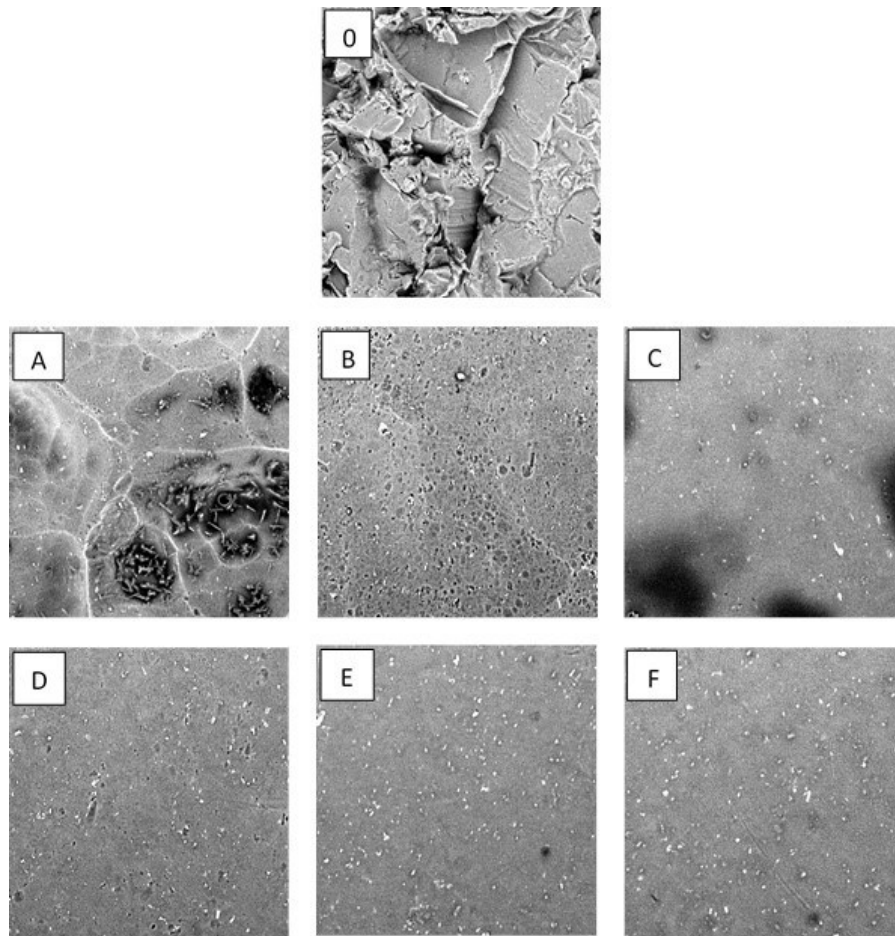
Tab. 7 – Vliv času leptání na změnu povrchové drsnosti a váhový úbytek vzorků Al.

Vzorek	1. krok leptání	2. krok leptání	teplota [°C]	čas [min]	Ra [ $\mu\text{m}$ ]	váhový úbytek [%]
srovnávací vzorek 0	-	-	-	-	$6,6 \pm 0,4$	-
A	30 hm. % NaOH t = 5 minut T = 23 °C	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> v poměru 7:1:2	100	1	$5,7 \pm 0,4$	7
B			100	2	$4,2 \pm 0,3$	9
C			100	4	$2,7 \pm 0,1$	13
D			100	5	$3,0 \pm 0,2$	16
E			100	6	$1,8 \pm 0,3$	19
F			100	8	$1,1 \pm 0,1$	25

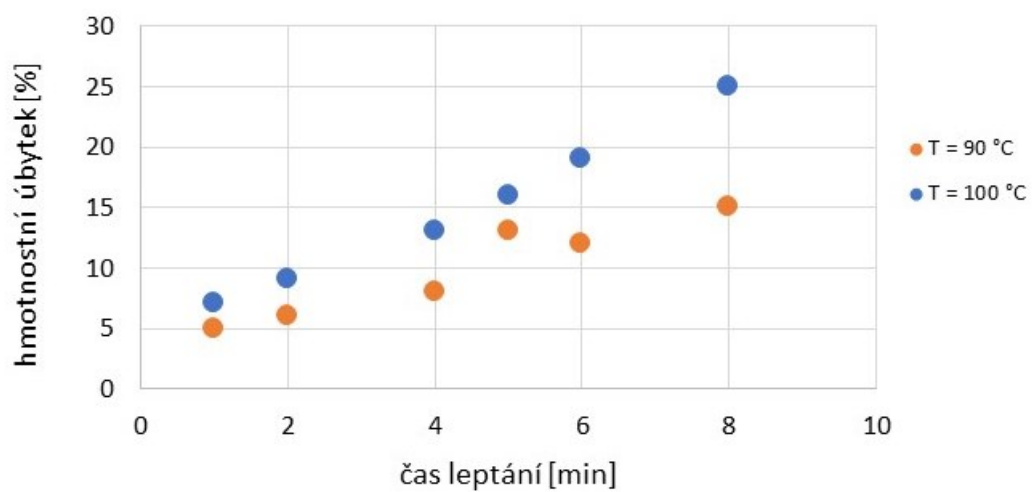


Graf 2 - – Srovnání profilových řezů jednotlivých vzorků Al definovaných v tabulce 7.

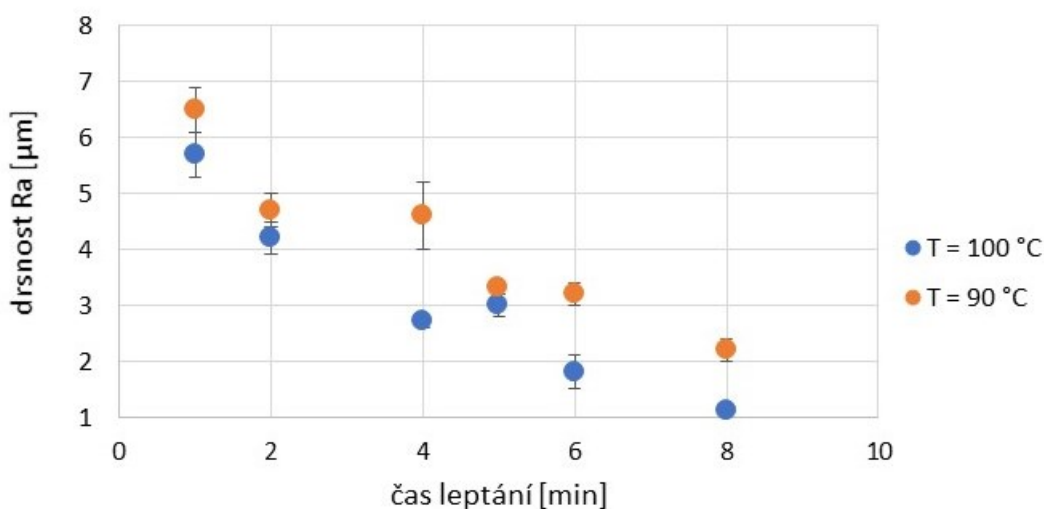




Obr. 18 - Vliv času leptání na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al při teplotě 90 °C. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 7. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou 134 x 134  $\mu\text{m}$ .



Graf 3 – Závislost hmotnostního úbytku na době a teplotě leptání



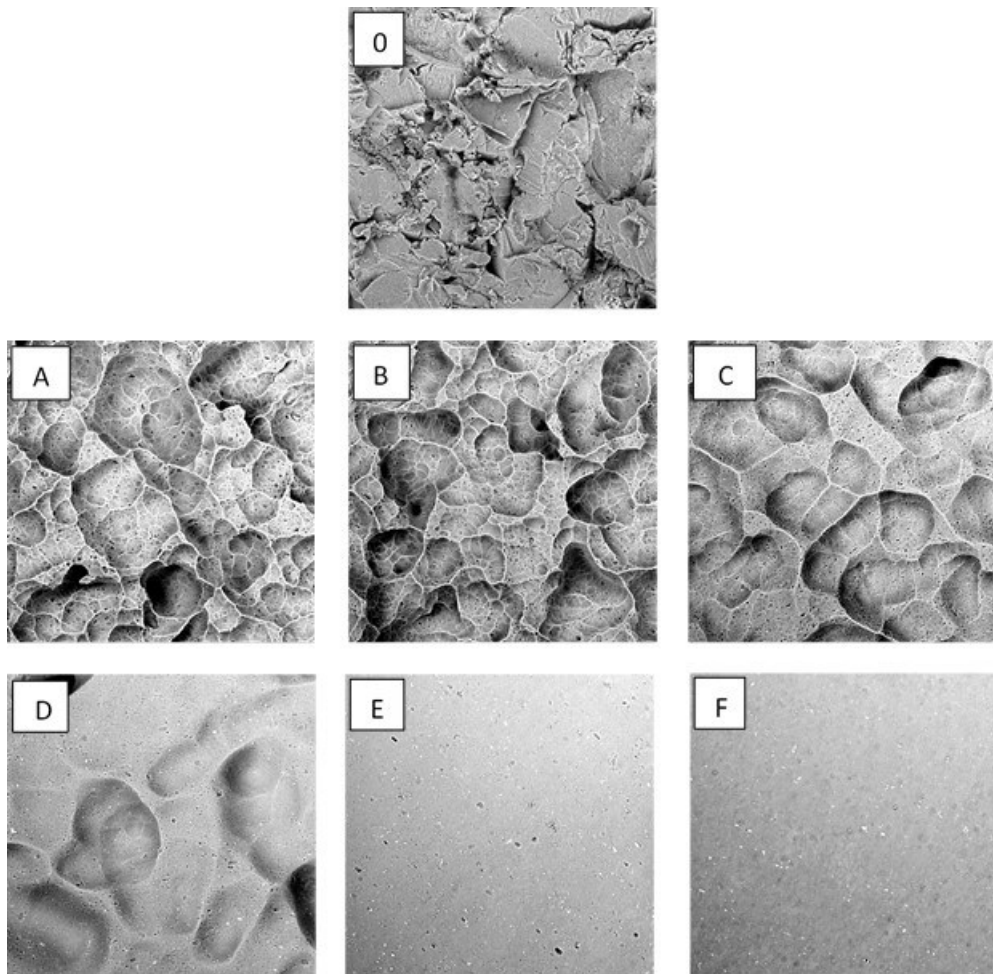
Graf 4 – Závislost povrchové drsnosti Ra na době leptání a teplotě.

### 6.1.5 Vliv teploty na průběh leptání

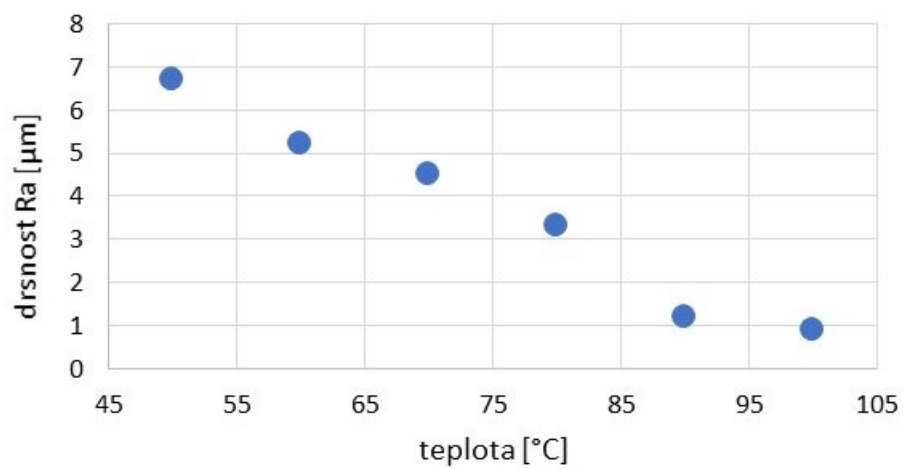
Jak je obecně známo, a jak vyplynulo z výsledků prezentovaných v předešlé podkapitole, další proměnou, která má zcela zásadní vliv na průběh leptání povrchu hliníku je teplota. Není ničím překvapující, že s rostoucí teplotou leptání roste rychlost tohoto procesu. Z porovnání výsledků uvedených v Tab. 8, na Obr. 19 a v Grafu 5 lze konstatovat, že za jinak srovnatelných podmínek má rostoucí teplota za následek pokles povrchové drsnosti - získáváme hladší povrch. Z Obr. 19 je patrné, že teplotu 70 °C lze považovat za mezní, a to z důvodu, že po jejím překročení dohází k výraznější eliminaci povrchových prohlubní v daném čase leptání (5 min.).

Tab. 8 – Vliv teploty na změnu povrchové drsnosti vzorků Al.

Vzorek	1. krok leptání	2. krok leptání	teplota [°C]	čas [min]	Ra [μm]
srovnávací vzorek 0	-	-	-	-	6,6 ± 0,4
A	30 hm. % NaOH t = 5 minut T = 23 °C	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> v poměru 7:1:2	50	5	6,7 ± 0,1
B			60	5	5,2 ± 0,3
C			70	5	4,5 ± 0,3
D			80	5	3,3 ± 0,2
E			90	5	1,2 ± 0,1
F			100	5	0,9 ± 0,1



Obr. 19 - Vliv teploty leptání na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al v čase 5 min. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tabulce 8. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou 268 x 268  $\mu\text{m}$ .



Graf 5 – Vliv teploty leptání na změnu povrchové drsnosti vzorku Al leptaných po dobu 5 min.

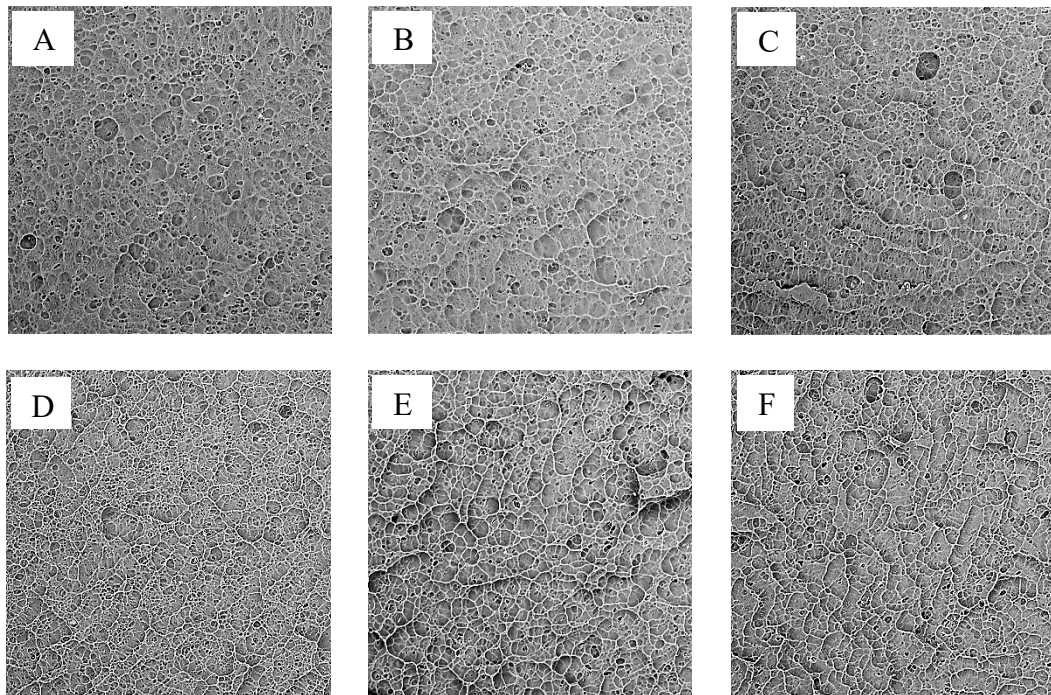
### 6.1.6 Vliv složení a koncentrací jednotlivých složek v leptací lázni

Jak bylo diskutováno v podkapitole 6.1.1 hlavní proměnnou, která určuje, jakým způsobem bude probíhat leptání povrchu Al je složení leptací směsi. Mimo to bylo v podkapitole 6.1.2 naznačeno, že cílem této práce není pouze připravit povrch s nejmenší povrchovou drsností, ale připravit povrch vyznačující se specifickým vzorem, jak je naznačeno v podkapitole 6.1.3. Pro tyto účely se jeví jako nejlepší více krokový proces leptání kombinující v prvním kroku leptání pomocí směsi metanolu s kyselinou dusičnou a chlorovodíkovou následovaným druhým krokem leptání vodné směsi kyselin s dusičnanem sodným. Otázkou zůstává, jak moc velký vliv má podíl vody či dusičnanu sodného v druhém kroku leptání.

Z výsledků prezentovaných v Tab. 9 a na Obr. 20 plyne, že s rostoucím objemem vody v leptací směsi nedochází k statisticky významné změně povrchové drsnosti. Jediné, co lze pozorovat jsou drobné změny v charakteristickém vzhledu leptaných povrchů, viz. srovnání Obr. 20A a 20B. Z čehož lze usuzovat skutečnost, že objem vody není zcela zanedbatelnou proměnnou. Oproti tomu experimenty věnované vlivu hmotnostního podílu  $\text{NaNO}_3$  uvedené na Obr. 21 a v Tab. 10 neukázaly žádný výraznější vliv této proměnné.

Tab. 9 - Vliv objemu vody v leptací směsi na změnu povrchové drsnosti vzorků Al.

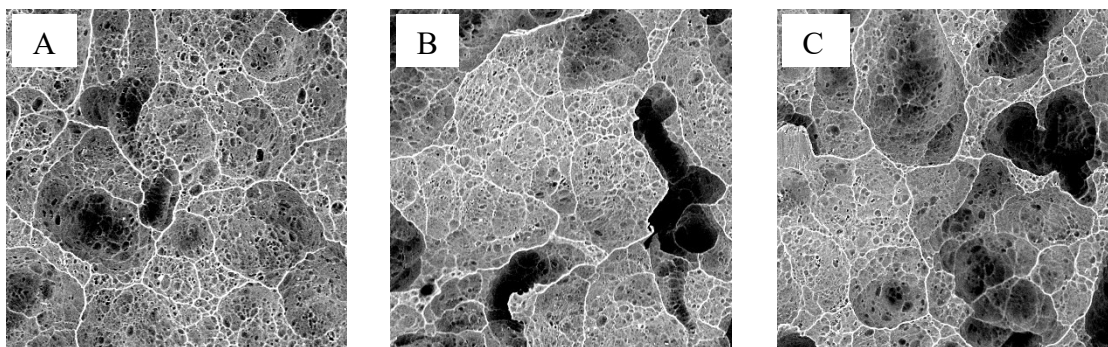
Vzorek	1. krok leptání	2. krok leptání	množství vody ve směsi 2. kroku leptání [ml]	teplota [°C]	čas [min]	Ra [ $\mu\text{m}$ ]
A	mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl v poměru 1:1:1 t = 5 minut T = 23 °C	<b>různý objem H<sub>2</sub>O</b> 9,8 ml HNO <sub>3</sub> 7,8 ml H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 6 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4g NaNO <sub>3</sub>	5	80	3	1,9 ± 0,2
B			7,5	80	3	1,8 ± 0,1
C			10	80	3	1,7 ± 0,2
D			15	80	3	1,3 ± 0,1
E			20	80	3	1,6 ± 0,2
F			25	80	3	1,5 ± 0,2



Obr. 20 - Vliv objemu vody v leptací směsi na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 9. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou 268 x 268  $\mu\text{m}$ .

Tab. 10 - Vliv hmotnostního podílu  $\text{NaNO}_3$  v leptací směsi na změnu povrchové drsnosti vzorků Al.

Vzorek	1. krok leptání	2. krok leptání	množství $\text{NaNO}_3$ ve směsi 2. kroku leptání [g]	teplota [ $^{\circ}\text{C}$ ]	čas [min]	$R_a$ [ $\mu\text{m}$ ]
A	30 hm. % NaOH t = 5 minut T = 23 $^{\circ}\text{C}$	10 ml $\text{H}_2\text{O}$ 9,8 ml $\text{HNO}_3$ 7,8 ml $\text{H}_3\text{PO}_4$ 6 ml $\text{H}_2\text{SO}_4$ <b>různá gramáž <math>\text{NaNO}_3</math></b>	2	80	3	$6,4 \pm 0,3$
B			4	80	3	$6,5 \pm 0,6$
C			8	80	3	$6,5 \pm 0,3$



Obr. 21 - Vliv hmotnostního podílu  $\text{NaNO}_3$  na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 10. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou  $268 \times 268 \mu\text{m}$ .

## 6.2 Příprava hydrofobního povrchu

V druhé části práce byla řešena možnost následné úpravy cíleně texturovaných vzorků hliníku, tak aby tyto vzorky vykazovaly hydrofobní či superhydrofobní vlastnosti. Z poznatků prezentovaných v literatuře byl převzat postup využívající pro tyto účely kyselinu stearovou [48] [44] [45]

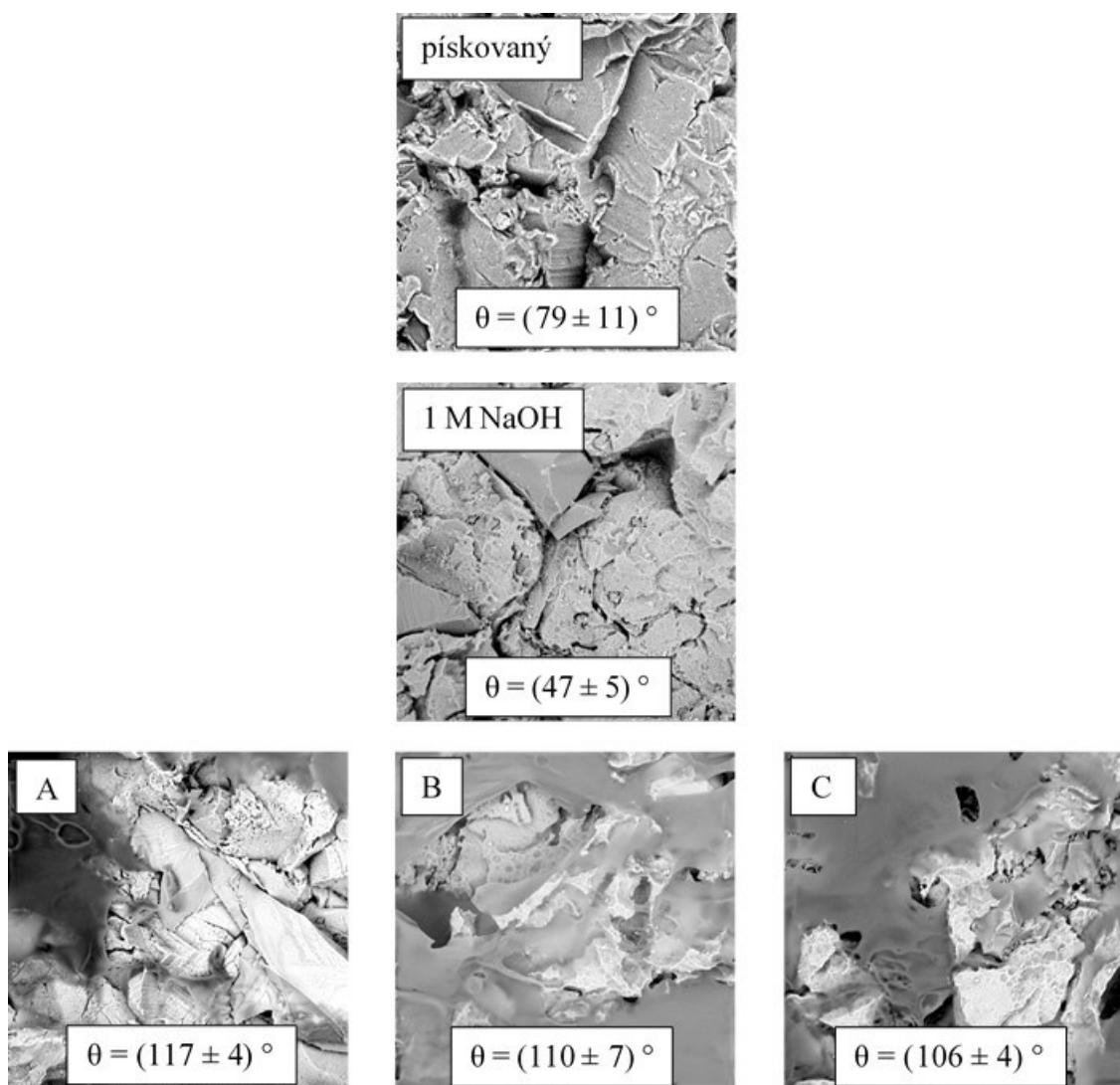
### 6.2.1 Vliv koncentrace kyseliny stearové na vznik hydrofobního povrchu

Prvotní experimenty věnované depozici kyseliny stearové na povrch Al se zabývaly vlivem její koncentrace v roztoku alkoholu. Pro účely tohoto experimentu byly veškeré vzorky leptány v lázni 1 M NaOH při pokojové teplotě po dobu 5 minut. Po vyjmutí byly vzorky opláchnuty a osušeny. V dalším kroku byly vzorky ponořeny do roztoku kyseliny stearové (SA) lišících se hmotnostním podílem SA v etanolu. Depozice probíhala při konstantní teplotě  $23 \text{ }^\circ\text{C}$  po dobu 25 minut.

Z Tab. 11 plyne, že zvýšení koncentrace SA v etanolu nemá za následek zvýšení kontaktního úhlu smáčení. Mimo to je vidět z Obr. 22, že s vyšší koncentrací SA v roztoku dochází k většímu povlakování povrchu vzorku, což s největší pravděpodobností opět znemožňuje růst kontaktního úhlu smáčení vodou. Kontaktní úhel smáčení s rostoucím podílem SA v roztoku klesá. Z těchto výsledků vyplynulo, že tento postup není vhodný pro přípravu povrchů vynikajících se co největším kontaktním úhlem smáčení (vysokou hydrofobitou). Jak bude diskutováno níže, je potřeba zvolit optimální tj. nižší hmotnostní podíl SA v roztoku, nepoužívat pouze alkohol s min. obsahem vody, prodloužit čas a optimálně nastavit teplotu.

Tab. 11 – Vliv hmotnostního podílu SA v roztoku z něhož probíhala depozice na povrch hliníku na změnu kontaktního úhel smáčení

vzorek	1. krok	2. krok	koncentrace SA	Doba působení SA [min]	Drsnost Ra [ $\mu\text{m}$ ]	kontaktní úhel [ $^\circ$ ]
A	1 M NaOH t = 5 min T = 23 $^\circ\text{C}$	SA v etanolu	1 hm. %	25	5,1 $\pm$ 0,2	117 $\pm$ 4
B			3 hm. %	25	5,5 $\pm$ 0,2	110 $\pm$ 7
C			5 hm. %	25	5,2 $\pm$ 0,2	106 $\pm$ 4



Obr. 22 – Vliv hmotnostního podílu SA v roztoku, z něhož probíhala depozice na povrch hliníku. Číslování jednotlivých SEM snímků koresponduje s číslováním vzorků v Tab. 11, vyobrazené plochy odpovídají rozměrům 134 x 134  $\mu\text{m}$ .

### 6.2.2 Vliv výchozího povrchu na vznik hydrofobního povrchu

V této podkapitole kapitole je řešen vliv způsobu leptání a čištění výchozího povrchu před vložením do směsného roztoku kyseliny stearové etanolu a vody.

Popis přípravy jednotlivých vzorků:

**Vzorek A** byl pouze pískován korundem, vložen na 10 minut do vařící vody a následně vložen do roztoku kyseliny stearové v etanolu o koncentraci 10 mmol/l po dobu 5 hodin.

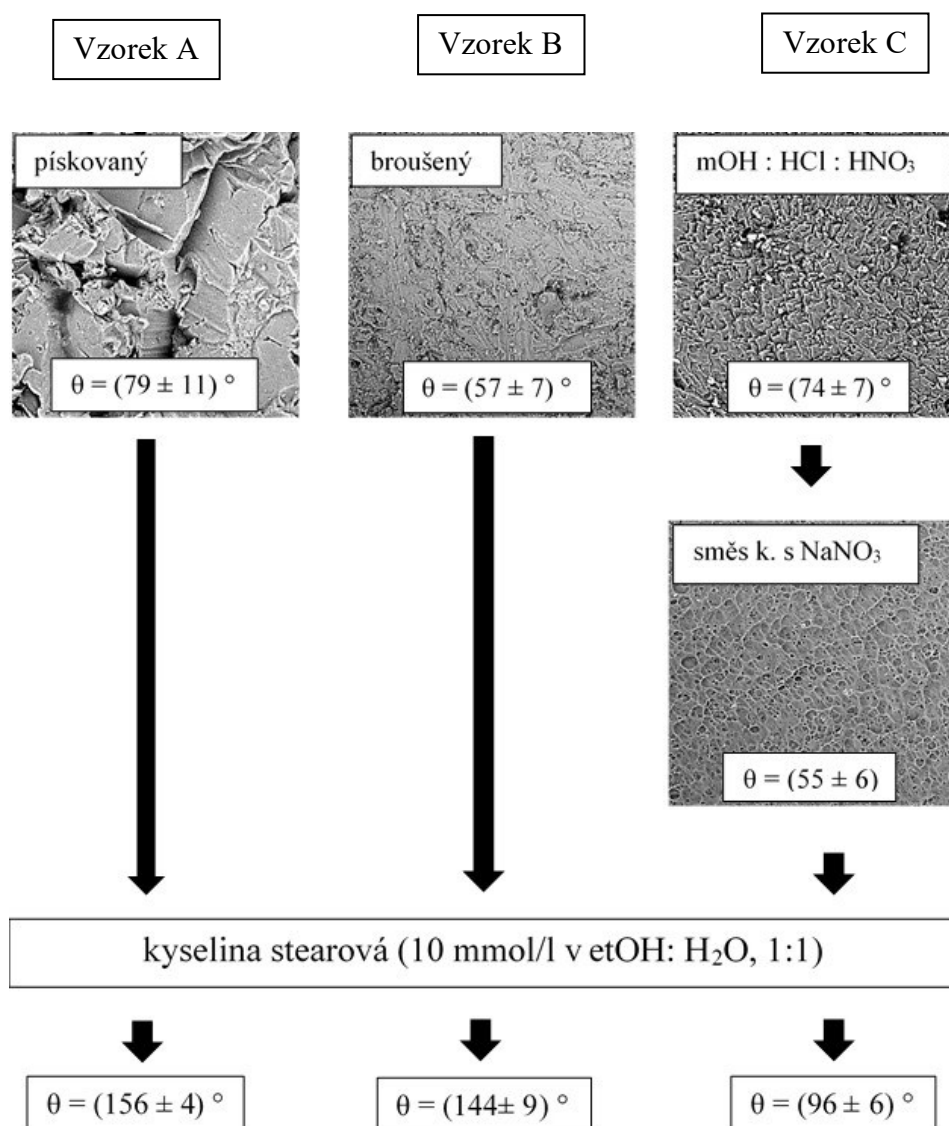
**Vzorek B** byl z hladké strany broušen brusnými papíry s hrubostí v tomto pořadí: 800, 1200 a 1500. Tyto vzorky byly dány na 5 minut do ultrazvukové lázně (aceton : voda, 1:1), aby byly odstraněny veškeré nečistoty po broušení. Další krok zahrnoval vložení vzorku do vařící vody po dobu 10 minut. Takto upravený vzorek byl dán do roztoku kyseliny stearové v etanolu o koncentraci 10 mmol/l po dobu 5 hodin.

**Vzorek C** byl leptán v roztoku metanolu, kyselině chlorovodíkové a kyselině dusičné v poměru 1:1:1. Doba leptání byla 3 minuty při 23 °C. Další leptací lázeň byla směs vody (20 ml), dusičnanu sodného (4 gramy), k. dusičné (9,8 ml), kyseliny fosforečné (7,8 ml) a kyseliny sírové (6 ml). V této lázni byl vzorek ponechán po dobu 3 minut při teplotě 80 °C. Vzorek byl následně dán do ultrazvukové lázně (aceton : voda, 1:1) po dobu 5 minut. Předposledním krokem bylo vložení vzorku do vařící vody po dobu 10 minut. Vzorek byl následně dán do roztoku k. stearové o koncentraci 10 mmol/l po dobu 5 hodin.

Tab. 12 – Popis procesních parametrů přípravy hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků A, B a C

vzorek	úprava vzorku	teplota [°C]	doba [min]	Drsnost Ra [μm]	kontaktní úhel [°]
A	pískovaný do ultra čisté vody (UP voda)	100	10	6,2 ± 0,2	79 ± 11
	k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	5 hodin	5,3 ± 0,5	156 ± 4
B	broušení z hladké strany (hrubost papíru 800, 1200, 1500)	-	-	0,7 ± 0,3	57 ± 7
	ultrazvuk (aceton : voda, 1:1)	23	5		
	UP voda	100	10		
	k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	5 hodin	0,5 ± 0,1	144 ± 9
C	mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl (1:1:1)	23	3	1,8 ± 0,2	74 ± 7
	směs kyselin s NaNO <sub>3</sub> (20 ml H <sub>2</sub> O)	80	3	1,7 ± 0,1	55 ± 6
	ultrazvuk (aceton : voda, 1:1)	23	5		
	UP voda	100	10		
	k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	5 hodin	1,7 ± 0,1	96 ± 6





Obr. 23 – Grafické znázornění vzhledu jednotlivých vzorků před úpravou pomocí SA, včetně výchozích a konečných kontaktních úhlů smáčení. Popis jednotlivých obrázků odpovídá datům uvedeným v Tab. 12.

Z porovnání dat v Tab. 12 a na Obr. 23 lze konstatovat, že pomocí daného postupu lze výrazně zvýšit nesmáčivost povrchů, jež nebyly vystaveny vícekrokovému procesu leptání popsanému v předešlých podkapitolách. U vzorku C lze dosáhnout kontaktního úhlu smáčení vodou pouze  $(96 \pm 6)^\circ$ . Tato skutečnost je spojena s tvorbou vrstvy oxidu hliníku vznikající při více krokovém postupu leptání ve směsi kyselin s alkoholem a následně dusičnanem sodným. Jak je známo z literatury [49] a bude diskutováno dále, existuje postup, jak tuto vrstvu účinně odstranit. Z Tab. 12 plyne, že úprava povrchu vzorku před ponořením do kyseliny stearové má zásadní vliv na výsledný kontaktní úhel smáčení.

Faktem zůstává, že u vzorku A bylo dosaženo tzv. superhydrofobity, kdy kontaktní úhel přesáhl  $150^\circ$  a dosáhl hodnoty  $(156 \pm 4)^\circ$ .

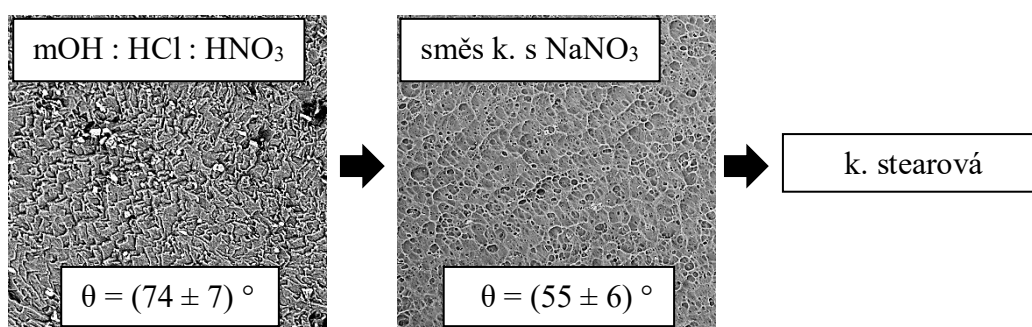
### 6.2.3 Vliv doby působení kyseliny stearové na vznik hydrofobního povrchu

V rámci této části je diskutován na řadě příkladů vliv času působení směsného roztoku kyseliny stearové, vody a etanolu na povrch různě texturovaného hliníku.

**Vzorky A a B** byly připraveny stejně jako Vzorek C (viz. předešlá podkapitola). Doba ponoru Al do roztoku kyseliny stearové byla 5 a 27 hodin.

Tab. 13 – Popis procesních parametrů přípravy hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků A, B

vzorek	úprava vzorku	teplota [°C]	doba [min]	Drsnost Ra [μm]	kontaktní úhel [°]
	1. mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl (1:1:1)	23	3	1,8 ± 0,2	74 ± 7
	2. směs kyselin s NaNO <sub>3</sub> (20 ml H <sub>2</sub> O)	80	3	1,7 ± 0,1	55 ± 6
	3. ultrazvuk (aceton : voda, 1:1)	23	5		
	4. UP voda	100	10		
A	5. k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	5 hodin	1,7 ± 0,1	96 ± 6
B			27 hodin	1,4 ± 0,2	152 ± 5



Obr. 24 – Zobrazení všech kroků úpravy povrchu hliníku, jenž předcházely ponoření do roztoku kyseliny stearové. Jednotlivé kroky jsou podrobně popsány v Tab. 13.

Z dat uvedených v Tab. 13 lze konstatovat, že s rostoucí dobou působení kyseliny stearové roste hydrofobita povrchu. Po 27 hodinách působení kyseliny stearové již lze povrch prohlásit za superhydrofobní.

Dalším experimentem byla příprava **vzorků C a D**, které byly připraveny čistě z pískovaného vzorku bez další úpravy pomocí kyselin. Doba ponoru do roztoku kyseliny stearové byla 5 hodin a 29 hodin.

Tab. 14 - Popis procesních parametrů přípravu hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků C, D. Pískovaný povrch Al.

vzorek	úprava vzorku	teplota [°C]	doba [min]	Drsnost Ra [μm]	kontaktní úhel [°]
	1. pískovaný do UP vody	100	10	6,2 ± 0,2	79 ± 11
C	2. k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	5 hodin	5,3 ± 0,5	156 ± 4
D			29 hodin	5,4 ± 0,2	165 ± 4

Tab. 14 ukazuje vliv doby působení kyseliny stearové na čistě pískovaný vzorek. Oproti datům uvedeným v Tab. 13 lze konstatovat, že u pískovaného vzorku lze dosáhnout daleko větší hydrofobity - superhydrofobity po 29 hodinách působením směsného roztoku kyseliny stearové.

Dalším experimentem byla příprava **vzorků E a F**, které byly připraveny čistě z broušeného vzorku bez další úpravy pomocí kyselin. Doba ponoru do roztoku kyseliny stearové byla 5 hodin a 29 hodin, viz. data v tabulce 15.

Tab. 15 - Popis procesních parametrů přípravu hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků E, F. Broušený povrch Al.

vzorek	úprava vzorku	teplota [°C]	doba [min]	Drsnost Ra [μm]	kontaktní úhel [°]
	1. broušení z hladké strany (hrubost papíru 800, 1200, 1500)	-	-	0,7 ± 0,3	57 ± 7
	2. ultrazvuk (aceton : voda, 1:1)	23	5		
	3. UP voda	100	10		
E	4. k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	5 hodin	0,5 ± 0,1	144 ± 9
F			29 hodin	0,57 ± 0,02	166 ± 6

Stejně jako v předchozích případech i Tab. 15 ukazuje vliv doby působení kyseliny stearové na vzorek broušeného Al. V tomto experimentu je vidět, že 5 hodin depozice roztoku kyseliny stearové pro přípravu superhydrofobního povrchu nestačí, ovšem 29 hodin již lze považovat za dostačující čas pro jeho přípravu, kontaktní úhel smáčení dosáhl (166 ± 6) °.

Otázkou zůstává proč u námi texturovaných povrchů pomocí více krokového leptání nebylo dosaženo výrazných superhydrofobních vlastností povrchu jako u ostatních vzorků. Vlivem povrchové drsnosti to nebude, broušený vzorek je daleko hladší a přesto vykazuje daleko nižší smáčivost. Na vině je již dříve zmiňovaná vrstva oxidu hliníku. Problematice možnosti jejího odstranění bude věnována následující kapitola.

### 6.3 Cílená příprava superhydrofobních povrchů

V rámci níže uvedených experimentů je diskutována možnost použití kyseliny fosforečné a chromsírové pro odstranění oxidované vrstvy hliníku, která brání efektivní vazbě kyseliny stearové k povrchu více krokově leptaného povrchu hliníku.

**Vzorky A, B a C** byly připraveny následujícím způsobem:

V prvním kroku byly ponořeny do směsi metanolu, kyseliny dusičné a kyseliny chlorovodíkové v poměru 1:1:1, při teplotě 23 °C po dobu 3 minut.

Dalším krokem bylo ponoření vzorků do směsi vody (20 ml), dusičnanu sodného (4 gramy), kyseliny dusičné (9,8 ml), kyseliny fosforečné (7,8 ml) a kyseliny sírové (6 ml). V této lázni byly vzorky ponechány po dobu 3 minut při teplotě 80 °C.

Následovalo ponoření do kyseliny fosforečné (vzorek B) nebo kyseliny chromsírové (vzorek C). Pro vzorek A byl tento krok vynechán.

Upravené vzorky A, B i C byly v závěrečném kroku ponořeny do vařící vody po dobu 5 minut.

V následujícím přehledu (viz Tab. 16) je shrnut výše popsany postup přípravy vzorků s uvedením jejich konečných kontaktních úhlů smáčení.

Tab. 16 – přehled přípravy vzorků A, B a C s uvedením konečných úhlů smáčení vodou.

	Způsob úpravy vzorku A	Způsob úpravy vzorku B	Způsob úpravy vzorku C
	mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl (1:1:1)	mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl (1:1:1)	mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl (1:1:1)
	směs kyselin s NaNO <sub>3</sub>	směs kyselin s NaNO <sub>3</sub>	směs kyselin s NaNO <sub>3</sub>
	-	<b>kys. fosforečná</b>	<b>kys. chromsírová</b>
	UP voda	UP voda	UP voda
	k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)
<b>kontaktní úhel [°]</b>	152 ± 5	160 ± 2	167 ± 5

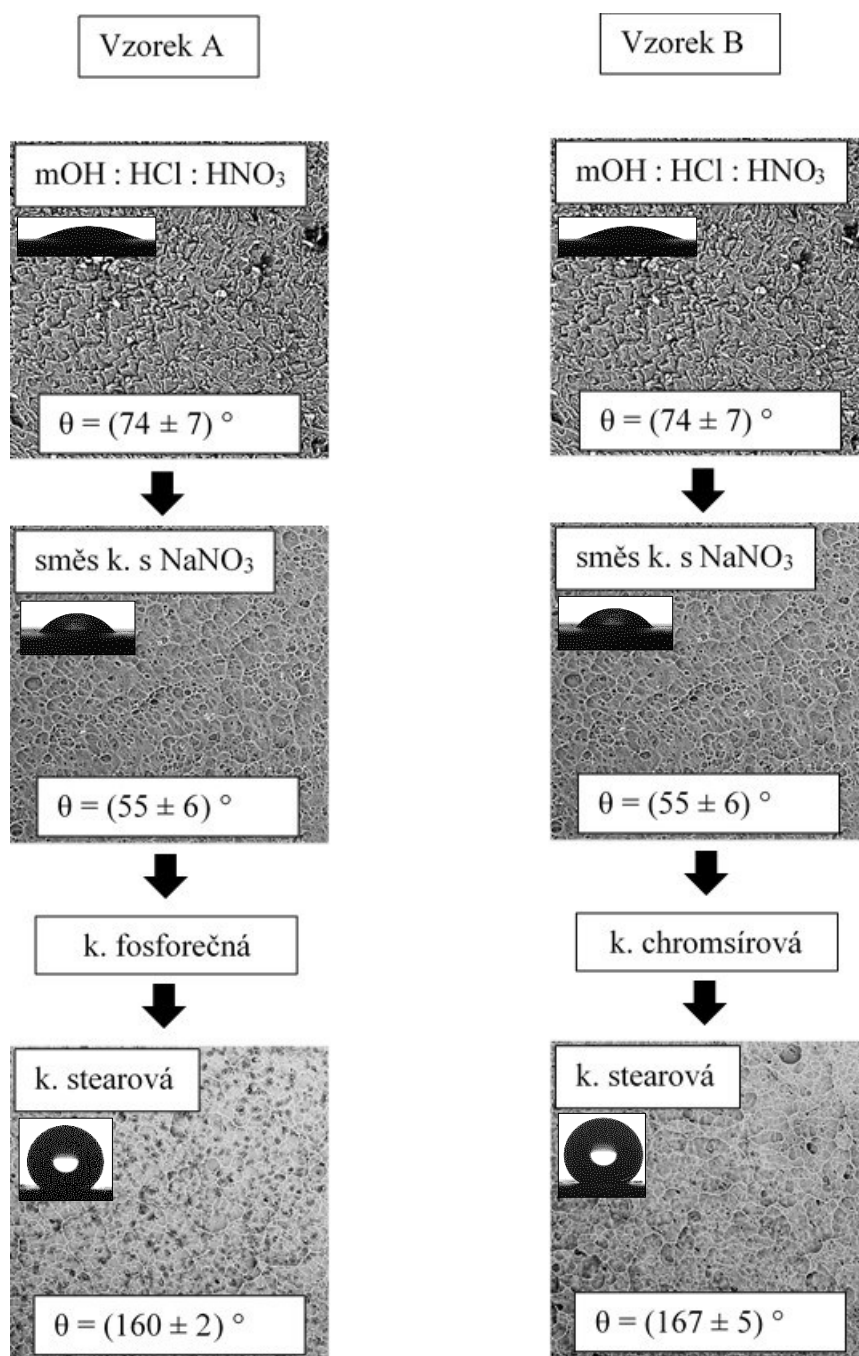
Z výsledků uvedených v Tab. 16 je patrné, jak zásadní roli hraje zařazení kroku ponoření vzorku do kyseliny fosforečné a chromsírové pro dosažení co nejvyššího kontaktního úhlu smáčení.

Jak bylo naznačeno výše, tento jev lze vysvětlit tak, že kyselina fosforečná a chromsírová je schopna eliminovat vedlejší produkty předešlých leptacích kroků, a to zejména silně oxidované vrstvy na povrchu hliníkového vzorku, které dále brání účinnému navázání kyseliny stearové, jež zajišťuje vyšší kontaktní úhel smáčení. Z dvojice kyselin fosforečné a chromsírové, se více účinná ukázala právě kyselina chromsírová.

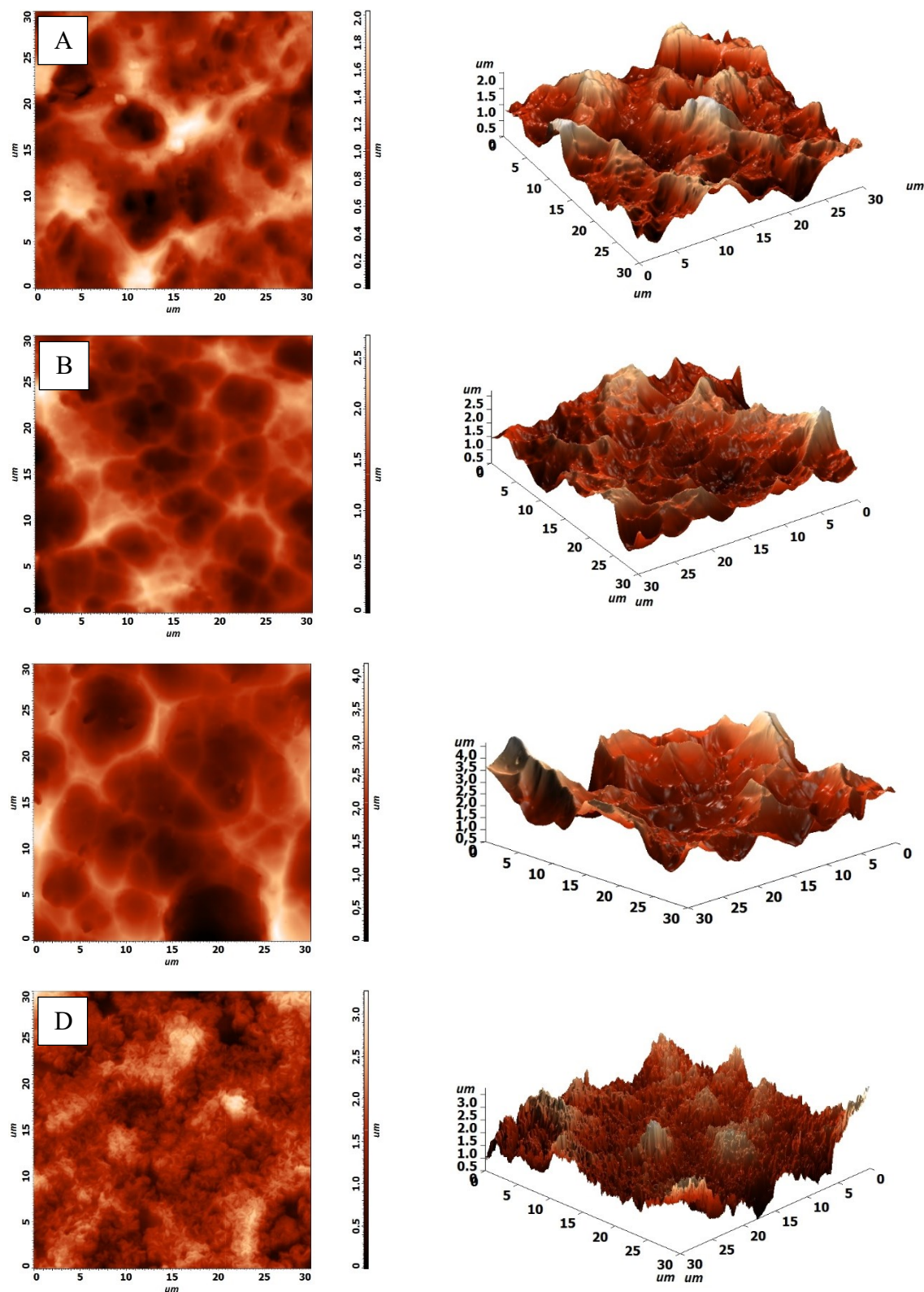
Podrobnější popis přípravy vzorků B a C je shrnut v Tab. 17.

Tab. 17 – Procesní parametry přípravy superhydrofobního povrchu u vzorků B a C s uvedením změny parametru Ra a kontaktních úhlů smáčení.

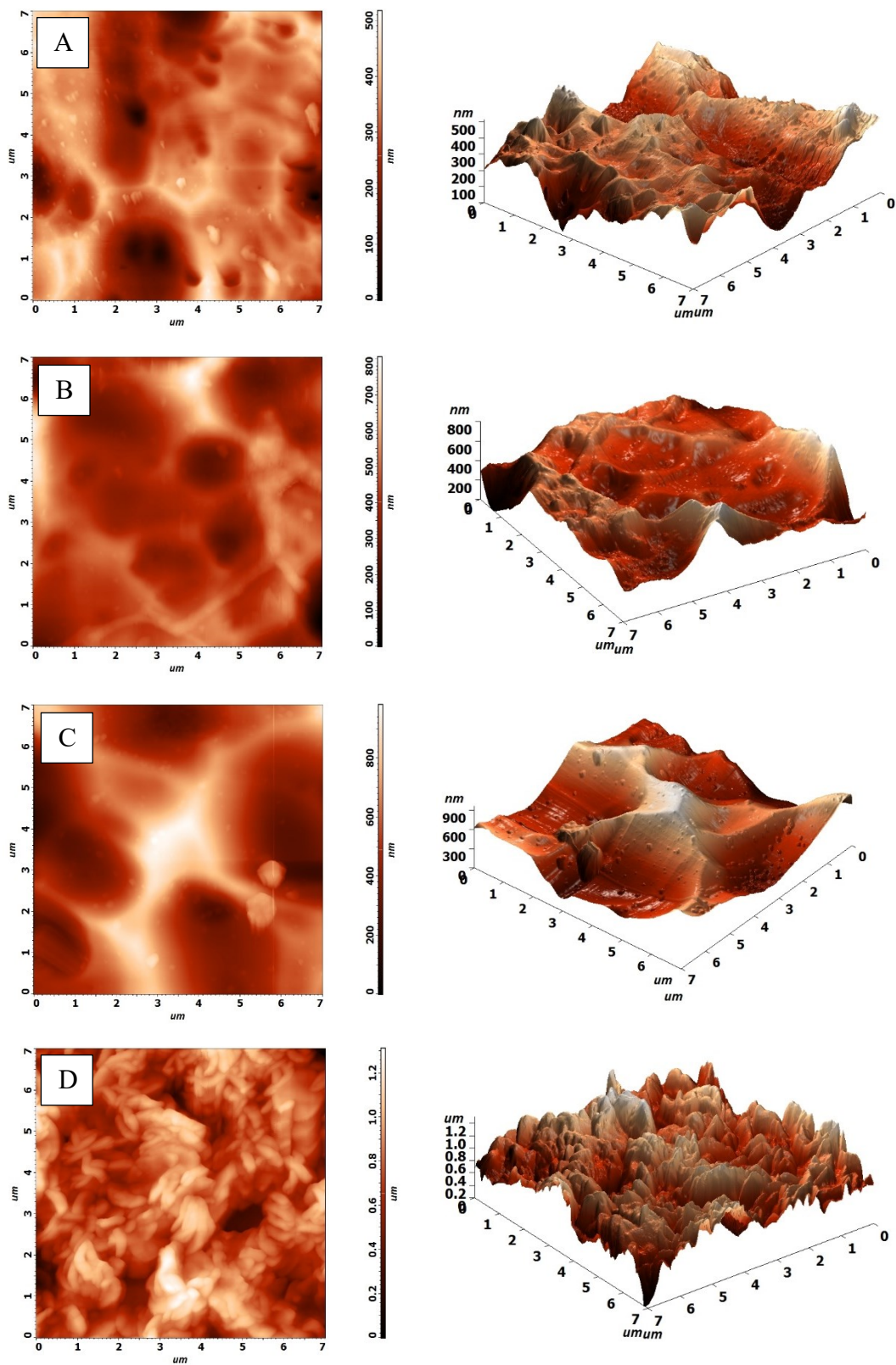
vzo- rek	úprava vzorku	teplota [°C]	doba [min]	Drsnost Ra [μm]	kontaktní úhel [°]
B	1. mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl (1:1:1)	23	3	1,8 ± 0,2	74 ± 7
	2. směs kyselin s NaNO <sub>3</sub>	80	3	1,7 ± 0,1	55 ± 6
	<b>3. kys. fosforečná</b>	23	2	1,5 ± 0,3	
	4. UP voda	100	5	1,3 ± 0,2	
	5. k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	27 hodin	1,6 ± 0,2	160 ± 2
C	1. mOH : HNO <sub>3</sub> : HCl (1:1:1)	23	3	1,8 ± 0,2	74 ± 7
	2. směs kyselin s NaNO <sub>3</sub>	80	3	1,7 ± 0,1	55 ± 6
	<b>3. kys. chromsírová</b>	23	2	1,6 ± 0,1	
	4. UP voda	100	5	2,4 ± 0,1	
	5. k. stearová (10 mmol/l v etOH : H <sub>2</sub> O, 1:1)	60	27 hodin	1,5 ± 0,1	167 ± 5



Obr. 25 – Změny vzhledu povrchů upravovaných vzorků pomocí kyselin s uvedením změn kontaktních úhlů smáčení a tvaru jednotlivých kapek. Prezentované výsledky odpovídají datům uvedeným v Tab. 16.



Obr. 26 - Zobrazení povrchu vzorků o rozměru  $30 \times 30 \mu\text{m}$  popsaných v Tab. 18 pomocí AFM.



Obr. 27 - Zobrazení povrchu vzorků o rozměru 7 x 7  $\mu\text{m}$  popsaných v Tab. 18 pomocí AFM



Na předchozích stranách je vyobrazení (pomocí AFM) postupných změn struktury povrchu při různých počtech kroků leptání vzorků.

Na Obr. 26 je vyobrazení vzorků v měřítku 30 x 30 μm. A na Obr. 27 jsou snímky jednotlivých povrchů v měřítku 7 x 7 μm.

Tab. 18 – procesní parametry přípravy vzorků A, B, C a D.

Vzorek	A	B	C	D
původní povrch	pískovaný	pískovaný	pískovaný	pískovaný
1. krok leptání	mOH : HCl : HNO <sub>3</sub> T = 23°C t = 3 min	mOH : HCl : HNO <sub>3</sub> T = 23°C t = 3 min	mOH : HCl : HNO <sub>3</sub> T = 23°C t = 3 min	mOH : HCl : HNO <sub>3</sub> T = 23°C t = 3 min
2. krok leptání	směs s NaNO <sub>3</sub> T = 80 °C t = 3 min	směs s NaNO <sub>3</sub> T = 80 °C t = 3 min	směs s NaNO <sub>3</sub> T = 80 °C t = 3 min	směs s NaNO <sub>3</sub> T = 80 °C t = 3 min
3. krok leptání	-	k. chromsírová T = 23 °C t = 2 min	k. chromsírová T = 23 °C t = 2 min	k. chromsírová T = 23 °C t = 2 min
4. krok	-	-	UP voda var t = 5 min	UP voda var t = 5 min
5. krok	-	-	-	k. stearová 10 mmol/l (etOH : H <sub>2</sub> O, 1 : 1) T = 60 °C t = 27 hod

Z Obr. 26 a Obr. 27 je vidět morfologie jednotlivých kroků leptání (či ponechání vzorku v kyselině stearové). Vzorek D jasně ukazuje navázání kyseliny stearové na povrch vzorku ve tvaru „šupinek“.

## ZÁVĚR

V rámci této diplomové práce byl sledován vliv procesních podmínek na vznik hladkého či definovaně strukturovaného povrchu hliníku pomocí chemického leptání. Mimo to byly studovány možnosti hydrofobizace takto texturovaných povrchů pomocí kyseliny stearové.

Připravené a upravené vzorky hliníku bez a s kyselinou stearovou byly charakterizovány pomocí elektronové mikroskopie, profilometrie, goniometrie a mikroskopie atomárních sil.

V souladu s hlavním cílem této práce byl studován vliv celé řady procesních parametrů majících za následek změnu povrchové drsnosti a vzhledu upravovaných povrchů. Bylo zjištěno, že vhodnou volbou leptací směsi lze výrazně redukovat povrchovou drsnost, či připravovat povrchy se specifickým vzhledem. Nelze obecně říct, že delší doba leptání má za následek výraznou redukci povrchové drsnosti, dominantní roli hraje kompozice leptací směsi či jejich kombinace ve více krocích. Co lze konstatovat zcela obecně je, že rostoucí teplota celý proces leptání urychluje což je mimo jiné spojeno s výrazným nárůstem váhového úbytku upravovaného vzorku. Bylo zjištěno, že s vyšší teplotou získáme hladší povrch, platí zde přímá úměrnost – čím vyšší teplota, tím hladší povrch a tím vyšší váhový úbytek materiálu. Dále bylo zjištěno, že pomocí vícekrokového procesu leptání, jenž kombinuje více typů leptacích lázní ve správném pořadí lze připravit specificky texturované povrchy bez ohledu na to, jak vypadal povrch výchozího materiálu před úpravou.

Z experimentů věnovaným přípravě superhydrofobních povrchů na bázi hliníku vyplynulo, že zásadní proměnnou je koncentrace kyseliny stearové a kombinace rozpouštědel z nichž je dále deponována na povrch hliníku. Příliš vysoká koncentrace kyseliny stearové v roztoku má za následek překrytí povrchu hliníku silnou vrstvou, což znemožňuje vznik superhydrofobního povrchu. Dalším nesporným vlivem je struktura výchozího povrchu, na který má být kyselina stearová deponována. Při použití více krokového leptání povrchu hliníku, jenž má za následek vznik specifického povrchového reliéfu, dochází k silné oxidaci povrchu. Tato silně oxidovaná vrstva oxidu hliníku následně brání efektivnímu navázání kyseliny stearové. Proto je nezbytné zařadit další mezikroky úpravy povrchu pomocí silných kyselin před depozicí kyseliny stearové z roztoku. Po optimalizaci všech proměnných se podařilo připravit povrchy se superhydrofobním charakterem.

## SEZNAM POUŽITÉ LITRATURY

- [1] CONTROL, Integrated, ed. *Surface Treatment of Metals and Plastics*. Sevilla: european commission, 2006.
- [2] CHRISTIDIS, G.E. *Advances in the characterization of industrial minerals: university textbook*. London: European Mineralogical Union, 2011.
- [3] JAROSLAV ŘASA, Gabriel. *Strojírenská Technologie 3: Metody, Stroje a Nástroje Pro Obrábění*. Praha: Praha: Scientia, 2005, 2005.
- [4] BIBIK, E. *Mechanochemistry of Metal Polishing with an Abrasive Suspension*. St. Petersburg: St. Petersburg State Technological Institute, 2009. DOI: 10.1134/S1070427210050095.
- [5] SHEASBY, P. a R. PINNER. *The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and Its Alloys*. 6. vyd. Finishing Publications Ltd. and ASM International, 2001. ISBN 0-904477-22-3.
- [6] HENSEL, Kenneth. *Electropolishing*. Milwaukee, 2004, **1**(100), s. 425-433.
- [7] ÇAKIR, O. Chemical etching of aluminium. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, **199**(1-3), 337-340. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2007.08.012. ISSN 09240136. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013607007662>
- [8] WOO LEE, Sang-Joon. *Porous Anodic Aluminum Oxide: Anodization and Templated Synthesis of Functional Nanostructures*. 2014, **15**(114), s. 7487-7556. DOI: 10.1021/cr500002z. Dostupné také z: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/cr500002z>
- [9] *Light metal anodization*. 2005, **3**(103).
- [10] K. SIMUNOVIC, G. *Predicting the Surface Quality of Face Milled Aluminium Alloy Using a Multiple Regression Model and Numerical Optimization*. 13. 2013, (5). DOI: 10.2478/msr-2013-003.
- [11] LU, Chen. *Study on prediction of surface quality in machining process*. Beijing: Beihang University, 2008, **205**(1-3), s. 439-450. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2007.11.270.

- [12] MICHNA, Štefan a Ivan LUKÁČ. *Encyklopedie hliníku*. 1. vyd. Prešov: Adin, 2005. ISBN 80-89041-88-4.
- [13] JORDAN, John, Katherine KELLEY a Johanna BRADBURY. *Grind and finish aluminum with discs*. 1999, (8).
- [14] MAHINDRU, D. a Priyanka MAHENDRU. Protective Treatment of Aluminum and its Alloys. *Global Journal of Research in Engineering*. USA: Global Journals Inc., 2011, **11**(3). ISSN 0975-5861.
- [15] VAN GILS, S., S. HOLTEN, E. STIJNS, M. VANCALDENHOVEN, H. TERRYN a L. MATTSSON. Electropolishing of aluminium: processing and assessment of visual appearance. *Surface and Interface Analysis*. 2003, **35**(2), 121-127. DOI: 10.1002/sia.1477. ISSN 0142-2421. Dostupné také z: <http://doi.wiley.com/10.1002/sia.1477>
- [16] Electropolishing for Aluminum Alloys. *Able Electropolishing* [online]. Chicago, USA, b.r. [cit. 2017-03-13]. Dostupné z: <http://www.ableelectropolishing.com/alloys-electropolished/aluminum/>
- [17] *Chemical polishing of aluminum*. 2012. US 20130248374 A1. Uděleno 12. dubna 2013. Zapsáno 26. září 2012.
- [18] *Surface Treatment of Metals and Plastics*. Spain, Sevilla: European Commission, Integrated Pollution Prevention and Control, 2006.
- [19] Eloxování hliníku. *Přírodní vědy a technika* [online]. Miloš Hroch, 2015 [cit. 2017-03-16]. Dostupné z: <http://www.astronom.cz/procyon/chemistry/elox.html>
- [20] VARSHNEY, Priya, Soumya MOHAPATRA a Aditya KUMAR. Superhydrophobic coatings for aluminium surfaces synthesized by chemical etching process. *International Journal of Smart and Nano Materials*. 2016, **7**(4), 248-264. DOI: 10.1080/19475411.2016.1272502. ISSN 1947-5411. Dostupné také z: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/19475411.2016.1272502>
- [21] LOMGA, J., P. VARSHNEY, D. NANDA, M. SATAPATHY, S.S. MOHAPATRA a A. KUMAR. Fabrication of durable and regenerable superhydrophobic coatings with excellent self-cleaning and anti-fogging properties for aluminium surfaces. *Journal of*

- Alloys and Compounds*. 2017, **702**, 161-170. DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.01.243. ISSN 09258388. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092583881730258X>
- [22] YANG, Xiaolong, Shuai HUANG, Xin LIU, Wenji XU, Jinlong SONG a Juan LI. Directional transport of water droplets on superhydrophobic aluminium alloy surface. *Micro*. 2015, **10**(7), 343-346. DOI: 10.1049/mnl.2014.0635. ISSN 1750-0443. Dostupné také z: <http://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/mnl.2014.0635>
- [23] FU, Xiaoyi a Xinhua HE. Fabrication of super-hydrophobic surfaces on aluminum alloy substrates. *Applied Surface Science*. 2008, **255**(5), 1776-1781. DOI: 10.1016/j.apsusc.2008.06.018. ISSN 01694332. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S016943320801413X>
- [24] BUROKAS, V., A. MARTUSHENE, G. BIKUL'CHYUS a A. RUCHINSKENE. Aluminum alloy etching in phosphoric acid solutions. *Russian Journal of Applied Chemistry*. 2009, **82**(10), 1835-1839. DOI: 10.1134/S1070427209100176. ISSN 1070-4272. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1134/S1070427209100176>
- [25] RAUSCH, Werner. a Heinz. BLUM. *Die Phosphatierung von Metallen*. [et al.]. Saulgau/Württ.: Leuze, 1974. ISBN 978-3874801973.
- [26] FREEMAN, D. *Phosphating and metal pre-treatment: a guide to modern processes and practice*. 1st ed. New York, NY: Industrial Press, 1986. ISBN 978-0831111687.
- [27] BRANCH, Lee. Bright dipping aluminum. *Metal Finishing*. 1998, **96**(12), 24-29. DOI: 10.1016/S0026-0576(98)81273-7. ISSN 00260576. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0026057698812737>
- [28] CHAMBERS, Bryce. Etching of aluminum alloys by ferric ion. *Metal Finishing*. 2000, **98**(3), 26-29. DOI: 10.1016/S0026-0576(00)81492-0. ISSN 00260576. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0026057600814920>
- [29] ALLEN, David a Heather ALMOND. Characterisation of aqueous ferric chloride etchants used in industrial photochemical machining. *Journal of Materials Processing Technology*. 2004, **149**(1-3), 238-245. DOI: 10.1016/S0026-0576(00)81492-0. ISSN

09240136. Dostupné také z:  
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092401360400161X>
- [30] Alkaline etch. *SAF Metals Distribution, Finishing and Fabrication* [online]. Atlanta: SAF Southern Aluminum Finishing Company. Inc, 2016 [cit. 2017-03-30]. Dostupné z: <https://www.saf.com/faq/what-is-an-alkaline-etch/>
- [31] *Pickling of aluminum*. b.r. USA. US2541901 A. Uděleno 13. únor 1951.
- [32] *Treatment of aluminum alloys*. b.r. USA. US1891549 A. Uděleno 20. prosinec 1932.
- [33] OSBORNE, Joseph. Observations on chromate conversion coatings from a sol–gel perspective. *Progress in Organic Coatings*. 2001, **41**(4), 280-286. DOI: 10.1016/S0300-9440(01)00143-6. ISSN 03009440. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0300944001001436>
- [34] LIU, Yan, Dezhi SUN, Hong YOU a Jong CHUNG. Corrosion resistance properties of organic–inorganic hybrid coatings on 2024 aluminum alloy. *Applied Surface Science*. 2005, **246**(1-3), 82-89. DOI: 10.1016/j.apsusc.2004.10.040. ISSN 01694332. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433204015338>
- [35] SUBRAMANIAN, V. a W.J. VAN OOIJ. Silane based metal pretreatments as alternatives to chromating: Shortlisted. *Surface Engineering*. 2013, **15**(2), 168-172. DOI: 10.1179/026708499101516407. ISSN 0267-0844. Dostupné také z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/026708499101516407>
- [36] FIGUEIRA, R., C. SILVA a E. PEREIRA. Organic–inorganic hybrid sol–gel coatings for metal corrosion protection: a review of recent progress. *Journal of Coatings Technology and Research*. 2015, **12**(1), 1-35. DOI: 10.1007/s11998-014-9595-6. ISSN 1547-0091. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/s11998-014-9595-6>
- [37] ATIK, Mohamed, Pedro DE LIMA NETO, Luiz AVACA a Michel AEGERTER. Sol-gel thin films for corrosion protection. *Ceramics International*. 1995, **21**(6), 403-406. DOI: 10.1016/0272-8842(95)94466-N. ISSN 02728842. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/027288429594466N>
- [38] JOSHUA DU, Y., Matt DAMRON, Grace TANG, Haixing ZHENG, C.-J. CHU a Joseph OSBORNE. Inorganic/organic hybrid coatings for aircraft aluminum alloy

- substrates. *Progress in Organic Coatings*. 2001, **41**(4), 226-232. DOI: 10.1016/S0300-9440(01)00133-3. ISSN 03009440. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0300944001001333>
- [39] KOZHUKHAROV, Vladimir, Mariya IVANOVA a Michael SCHEM. Functional Nanocomposite Coatings for Corrosion Protection of Aluminium Alloy and Steel. *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*. 2008, **43**(2), 231-238.
- [40] LOMMATZSCH, Uwe a Jörg IHDE. Plasma Polymerization of HMDSO with an Atmospheric Pressure Plasma Jet for Corrosion Protection of Aluminum and Low-Adhesion Surfaces. *Plasma Processes and Polymers*. 2009, **6**(10), 642-648. DOI: 10.1002/ppap.200900032. ISSN 16128850. Dostupné také z: <http://doi.wiley.com/10.1002/ppap.200900032>
- [41] SARKAR, D.K., M. FARZANEH a R.W. PAYNTER. Superhydrophobic properties of ultrathin rf-sputtered Teflon films coated etched aluminum surfaces. *Materials Letters*. 2008, **62**(8-9), 1226-1229. DOI: 10.1016/j.matlet.2007.08.051. ISSN 0167577x. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X07008117>
- [42] JAFARI, R. a M. FARZANEH. Fabrication of superhydrophobic nanostructured surface on aluminum alloy. *Applied Physics A*. 2011, **102**(1), 195-199. DOI: 10.1007/s00339-010-6131-0. ISSN 0947-8396. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/s00339-010-6131-0>
- [43] LIU, Wenyong, Linyu SUN, Yuting LUO, Ruomei WU, Haiyun JIANG, Yi CHEN, Guangsheng ZENG a Yuejun LIU. Facile transition from hydrophilicity to superhydrophilicity and superhydrophobicity on aluminum alloy surface by simple acid etching and polymer coating. *Applied Surface Science*. 2013, **280**, 193-200. DOI: 10.1016/j.apsusc.2013.04.124. ISSN 01694332. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S016943321300843X>
- [44] WU, Ruomei, Guanghua CHAO, Haiyun JIANG, Yang HU a Anqiang PAN. The superhydrophobic aluminum surface prepared by different methods. *Materials Letters*.

- 2015, **142**, 176-179. DOI: 10.1016/j.matlet.2014.12.007. ISSN 0167577x. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X14021739>
- [45] WU, Ruomei, Shuquan LIANG, Anqiang PAN, Zhiqing YUAN, Yan TANG, Xiaoping TAN, Dikai GUAN a Ya YU. Fabrication of nano-structured superhydrophobic film on aluminum by controllable immersing method. *Applied Surface Science*. 2012, **258**(16), 5933-5937. DOI: 10.1016/j.apsusc.2011.10.029. ISSN 01694332. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433211015868>
- [46] SALEEMA, N., D. SARKAR, D. GALLANT, R. PAYNTER a X.-G. CHEN. Chemical Nature of Superhydrophobic Aluminum Alloy Surfaces Produced via a One-Step Process Using Fluoroalkyl-Silane in a Base Medium. *ACS Applied Materials*. 2011, **3**(12), 4775-4781. DOI: 10.1021/am201277x. ISSN 1944-8244. Dostupné také z: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/am201277x>
- [47] GAJDOŠÍK, Radek. *Příprava a charakterizace strukturovaných povrchů*. Zlín, 2016. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Vedoucí práce Antonín Minařík.
- [48] LIBANG, Feng, Zhang HONGXIA a Mao PENGZHI. Superhydrophobic alumina surface based on stearic acid modification. *Applied Surface Science*. 2011, (257), 3959-3963.
- [49] COTELL, C.M., J.A. SPRAGUE a F.A. SMIDT. Surface Engineering of Aluminum and Aluminum Alloys. *Surface Engineering*. 1994, (5), 784-804. DOI: 10.1361/asmhba0001308.



**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

EDXRF	Energy dispersive X-ray fluorescence
LD-PE	Low density polyethylene (nízko-hustotní polyetylen)
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
AFM	Atomic force microscopy (mikroskopie atomárních sil)
mOH	Metanol
etOH	Etanol
SA	Stearic acid (kyselina stearová)
UP	Ultra pure (ultračistý)
t	Čas
T	Teplota [°C]

## SEZNAM OBRÁZKŮ

- Obr. 1 – elektrochemické leštění [15] ..... 16
- Obr. 2 – schéma procesu eloxování; 1 – katoda, 2 – anoda (eloxovaný předmět), 3 – proudový regulovatelný zdroj, 4 – eloxovací lázeň, 5 – kontejner s lázní. [19] ..... 17
- Obr. 3 – schéma přípravy superhydrofobního povrchu dvoustupňovým procesem [21] ..... 18
- Obr. 4 – SEM snímky hliníkové slitiny ve formě fólie, ošetřené různými způsoby pro dosažení superhydrofobního povrchu: (a) – povrch fólie po ošetření brusným papírem; (b) – ošetření povrchu vodným roztokem  $\text{HNO}_3$  a  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ; (c) a (d) – ošetření brusným papírem a následné leptání ve vodném roztoku  $\text{HNO}_3$  a  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  [23] ..... 18
- Obr. 5 – Optický snímek kapky vody na povrchu hliníku ošetřeného kombinací brusného papíru a následným ponořením do vodného roztoku  $\text{HNO}_3$  a  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ , kontaktní úhel kapky je  $159,7^\circ$ . [23] ..... 19
- Obr. 6 – schéma rozložení funkčních vrstev na kovovém substrátu. (1 a 2 – speciální nátěrová vrstva tloušťky 20-30  $\mu\text{m}$ , 3 – vrstva  $\text{SiO}_2$  tloušťky 50-100  $\mu\text{m}$ , 4 – sol-gel vrstva s tloušťkou 5-13  $\mu\text{m}$ , 5 – kovový substrát). [39] ..... 26
- Obr. 7 – SEM snímky připraveného povrchu pomocí chemického leptání, nad snímek povrchu je obraz kapky vody na povrchu upraveném pomocí roztoku kyseliny stearové [44]. ..... 29
- Obr. 8 – SEM snímek vzorku hliníku leptaného ve výše uvedené leptací lázni k. octové, k. šťavlové a k. chlorovodíkové [45]. ..... 30
- Obr. 9 – vzhled kapky vody na povrchu hliníku upraveném pomocí chemického leptání a následné depozici kyseliny stearové se statickým kontaktním úhlem smáčení  $(160 \pm 1,8)^\circ$ . [45] ..... 30
- Obr. 10 – SEM snímky povrchu vzorku upraveném v roztoku hydroxidu sodného a fluoralkyl-silanu. (a) původní povrch, (b) povrch po působení  $\text{NaOH}$  a fluoralkyl-silanu, (c) a (d) přiblížení struktury povrchu hliníku vzniklé po působení  $\text{NaOH}$  a fluoralkyl-silanu na vzorek hliníku. [46]. ..... 31
- Obr. 11 – použité přístroje pro charakterizaci připravených vzorků: A – skenovací elektronový mikroskop Phenom Pro; B – kontaktní profilometr DiaVite DH-8;

- C – přístroj pro měření kontaktního úhly smáčení Krüss Drop Shape Analyzer DSA30; D – mikroskop atomárních sil NTEGRA Prima od firmy NT-MDT . 36
- Obr. 12 – Změny vzhledu povrchu hliníku po působení lázní o rozdílném složení. Obrázky byly pořízeny pomocí SEM. Označení obrázků koresponduje s daty uvedenými v Tab. 2. Zobrazená plochy mají rozměr 134 x 134  $\mu\text{m}$ . ..... 38
- Obr. 13 - Vliv výchozího povrchu na změnu vzhledu Al. Popis jednotlivých obrázků koresponduje s daty uvedenými v Tab. 3. Velikost vyobrazených ploch pomocí SEM odpovídá rozměrům 134 x 134  $\mu\text{m}$ . ..... 40
- Obr. 14 – Porovnání vlivu souslednosti víceřadového leptání na změnu vzhledu povrchu pískovaného hliníku. SEM snímky jednotlivých vzorků odpovídají specifikacím uvedeným v Tab. 4, vyobrazené plochy odpovídají rozměrům 134 x 134  $\mu\text{m}$ . ..... 41
- Obr. 15 - Porovnání vlivu souslednosti víceřadového leptání na změnu vzhledu povrchu pískovaného hliníku – použití nevhodného výchozího leptadla. SEM snímky jednotlivých vzorků odpovídají specifikacím uvedeným v Tab. 5, vyobrazené plochy odpovídají rozměrům 134 x 134  $\mu\text{m}$ . ..... 42
- Obr. 16 - Vliv času leptání na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al při teplotě 90 °C. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 6. Rozměr vyobrazených SEM snímků je 134 x 134  $\mu\text{m}$ . ..... 45
- Obr. 17 – Zobrazení vzorku F (z obr. 14) pomocí AFM (A) při menším a (B) při větším zvětšení. Obrázky vlevo jsou 2D, vpravo jsou uvedeny ty samé obrázky ve 3D. .... 46
- Obr. 18 - Vliv času leptání na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al při teplotě 90 °C. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 7. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou 134 x 134  $\mu\text{m}$ . ..... 48
- Obr. 19 - Vliv teploty leptání na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al v čase 5 min. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tabulce 8. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou 268 x 268  $\mu\text{m}$ . ..... 50
- Obr. 20 - Vliv objemu vody v leptací směsi na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 9. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou 268 x 268  $\mu\text{m}$ . ..... 52

- Obr. 21 - Vliv hmotnostního podílu  $\text{NaNO}_3$  na změnu vzhledu upravovaných vzorků Al. Specifikace jednotlivých vzorků odpovídá popisu v Tab. 10. Rozměry vyobrazených SEM snímků jsou  $268 \times 268 \mu\text{m}$ . ..... 53
- Obr. 22 – Vliv hmotnostního podílu SA v roztoku, z něhož probíhala depozice na povrch hliníku. Číslování jednotlivých SEM snímků koresponduje s číslováním vzorků v Tab. 11, vyobrazené plochy odpovídají rozměrům  $134 \times 134 \mu\text{m}$ . ... 54
- Obr. 23 – Grafické znázornění vzhledu jednotlivých vzorků před úpravou pomocí SA, včetně výchozích a konečných kontaktních úhlů smáčení. Popis jednotlivých obrázků odpovídá datům uvedeným v Tab. 12. .... 56
- Obr. 24 – Zobrazení všech kroků úpravy povrchu hliníku, jenž předcházely ponoření do roztoku kyseliny stearové. Jednotlivé kroky jsou podrobně popsány v Tab. 13. .... 57
- Obr. 25 – Změny vzhledu povrchů upravovaných vzorků pomocí kyselin s uvedením změn kontaktních úhlů smáčení a tvaru jednotlivých kapek. Presentované výsledky odpovídají datům uvedeným v Tab. 16. .... 61
- Obr. 26 - Zobrazení povrchu vzorků o rozměru  $30 \times 30 \mu\text{m}$  popsáných v Tab. 18 pomocí AFM. .... 62
- Obr. 27 - Zobrazení povrchu vzorků o rozměru  $7 \times 7 \mu\text{m}$  popsáných v Tab. 18 pomocí AFM ..... 63

**SEZNAM TABULEK**

Tab. 1 – EDXRF analýza použitého hliníku [47] .....	33
Tab. 2 – Vliv složení leptacích lázní na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků pískovaného hliníku .....	37
Tab. 3 – Vliv výchozího povrchu na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků Al .....	39
Tab. 4 – Vliv počtu a souslednosti kroků leptání na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků Al .....	41
Tab. 5 – Vliv počtu a souslednosti kroků leptání na změnu povrchové drsnosti upravovaných vzorků Al – použití nevhodného výchozího leptadla .....	43
Tab. 6 – Vliv času leptání na změnu povrchové drsnosti a váhový úbytek vzorků Al .....	44
Tab. 7 – Vliv času leptání na změnu povrchové drsnosti a váhový úbytek vzorků Al .....	47
Tab. 8 – Vliv teploty na změnu povrchové drsnosti vzorků Al .....	49
Tab. 9 – Vliv objemu vody v leptací směsi na změnu povrchové drsnosti vzorků Al .....	51
Tab. 10 – Vliv hmotnostního podílu $\text{NaNO}_3$ v leptací směsi na změnu povrchové drsnosti vzorků Al .....	52
Tab. 11 – Vliv hmotnostního podílu SA v roztoku z něhož probíhala depozice na povrch hliníku na změnu kontaktního úhel smáčení .....	54
Tab. 12 – Popis procesních parametrů přípravu hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků A, B a C .....	55
Tab. 13 – Popis procesních parametrů přípravu hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků A, B .....	57
Tab. 14 – Popis procesních parametrů přípravu hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků C, D. Pískovaný povrch Al .....	58
Tab. 15 – Popis procesních parametrů přípravu hydrofobních povrchů pomocí SA s uvedením změn drsnosti a kontaktních úhlů smáčení u vzorků E, F. Broušený povrch Al .....	58
Tab. 16 – přehled přípravy vzorků A, B a C s uvedením konečných úhlů smáčení vodou .....	60

---

Tab. 17 – Procesní parametry přípravy superhydrofobního povrchu u vzorků B a C s uvedením změn parametru Ra a kontaktních úhlů smáčení.....	60
Tab. 18 – procesní parametry přípravy vzorků A, B, C a D.....	64