

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta chemická

Ústav chemie materiálů

Ing. Josef Trčka

**VLIV VNĚJŠÍCH PODMÍNEK NA STABILITU
A VLASTNOSTI ANTIKOROZNÍCH KOVOVÝCH
POVLAKŮ NA OCELI**

**EFFECT OF EXTERNAL CONDITIONS ON STABILITY
AND FEATURES OF ANTI-CORROSIVE METALLIC
COATINGS ON STEELS**

ZKRÁCENÁ VERZE PH.D. THESIS

Obor: Materiálové inženýrství
Školitel: Prof. Ing. Jaroslav Fiala, CSc.
Oponenti: Prof. Ing. Karel Stránský, DrSc.
Ing. Bořivoj Million, DrSc.

Datum obhajoby: 9. 7. 2003

KLÍČOVÁ SLOVA

elektrolyticky vylučované zinkové povlaky, slitinové fáze Fe - Zn

KEY WORDS

electrodeposited zinc coatings, alloy layers Fe-Zn

MÍSTO ULOŽENÍ PRÁCE

Ústav chemie materiálů FCH VUT v Brně

OBSAH

OBSAH	3
1 OBSAH PRÁCE	5
1.1 Literární rešerše	5
1.2 Experimentální část	5
2 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY	5
2.1 Technologie výroby antikoročních kovových povlaků	5
2.2 Difúze v kovech a slitinách	8
3 CÍL PRÁCE	12
4 ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ	12
4.1 Příprava vzorků – elektrolytické zinkování a tepelné zpracování	12
4.2 Navržené analytické metody	13
5 HLAVNÍ VÝSLEDKY PRÁCE	14
5.1 Závislost tloušťky intermetalické fáze Fe-Zn na době tepelného zpracování	14
5.2 Výsledky mikroanalýz železa v zinkových povlacích	15
5.3 Výsledky ověřování vlivu intermetalické fáze Fe-Zn na kvalitu elektrolyticky vyloučených zinkových povlaků	17
5.4 Diskuse	21
6 ZÁVĚR	23
7 POUŽITÉ INFORMAČNÍ ZDROJE	24
8 CURRICULUM VITAE	25
Publikace	26
ABSTRACT	28

1 OBSAH PRÁCE

Smyslem předložené práce je ověření vlastností elektrolyticky vyloučených zinkových povlaků na oceli po jejich tepelném zpracování při teplotách nad 200°C.

V práci jsou stanoveny podmínky pro vznik intermetalických fází Fe-Zn v zinkových povlacích, které ovlivňují nepříznivě jejich stabilitu. Byl sledován rovněž vliv obsahu křemíku v oceli na difúzi železa do zinkových povlaků a vliv doby tepelného zpracování.

1.1 Literární rešerše

K předmětné problematice nebyly nalezeny v technické literatuře žádné zdroje. Literární rešerše byla proto zaměřena na vznik slitinových fází Fe-Zn u zinkových povlaků vylučovaných žárovým způsobem a na ferozinkové povlaky. Do literární rešerše byly zahrnuty i další technologie vylučování zinkových povlaků na oceli.

1.2 Experimentální část

Experimentální část byla prováděna se zaměřením na zjištění přítomnosti intermetalických fází v zinkovém povlaku, měření jejich tloušťek a rozložení železa a zinku v zinkové vrstvě.

Byla sledována závislost tloušťky difúzní vrstvy Fe-Zn na době tepelného zpracování a na složení ocelového podkladu. Dále byla měřena a vyhodnocována tvárnost zinkových povlaků, mikrotvrdość a korozní odolnost.

2 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

2.1 Technologie výroby antikoročních kovových povlaků

Hlavním důvodem pro výrobu kovových povlaků v technické praxi je protikoroční ochrana výrobků a součástí ve všech oborech průmyslové výroby. Korozní ztráty dosahují v průměru 3-4% hrubého národního důchodu i v hospodářsky nejvyspělejších zemích světa a proto vědní obor koroze a protikoroční ochrana si klade za cíl tyto ztráty snižovat [1]. Kovovými povlaky lze zvyšovat jakost, prodlužovat životnost výrobků a snižovat ztráty kovového fondu. Kovové povlaky s antikoročními vlastnostmi se průmyslově vyrábějí nejčastěji následujícími technologiemi.

Žárové stříkání

Kovový povlak vzniká nanášením kapiček roztaveného kovu na otryskaný povrch základního materiálu. Jako zdroj tepla se používá plynový hořák, elektrický oblouk nebo plazma. Transportním mediem je stlačený vzduch. Podle toho v jakém stavu je kov přisouván do trysky rozlišujeme metalizaci drátovou a práškovou. Při drátové metalizaci se k tavení drátu používá směs acetylenu a kyslíku, která hoří souvislým plamenem jehož teplota je cca 2400°C. Roztavený kov se stýká jednak s kyslíkem obsaženým v hořící směsi, jednak se vzduchem. Na povrchu kapiček se tvoří oxidy, které ovlivňují jejich tvar. U kovů, jejichž oxidy mají nízký bod tavení (pod 1500°C), mají rozprášené částice tvar kuličky obalené tekutým oxidem (měď, molybden).

U kovů, které tvoří oxidy s bodem tavení nad 1500°C se při rozprašování vytvoří tuhý oxid a nedovolí rozprášené částice sbalit do kuličky, takže částice mají nepravidelný tvar. Tento případ nastává při stříkání zinku a hliníku [2].

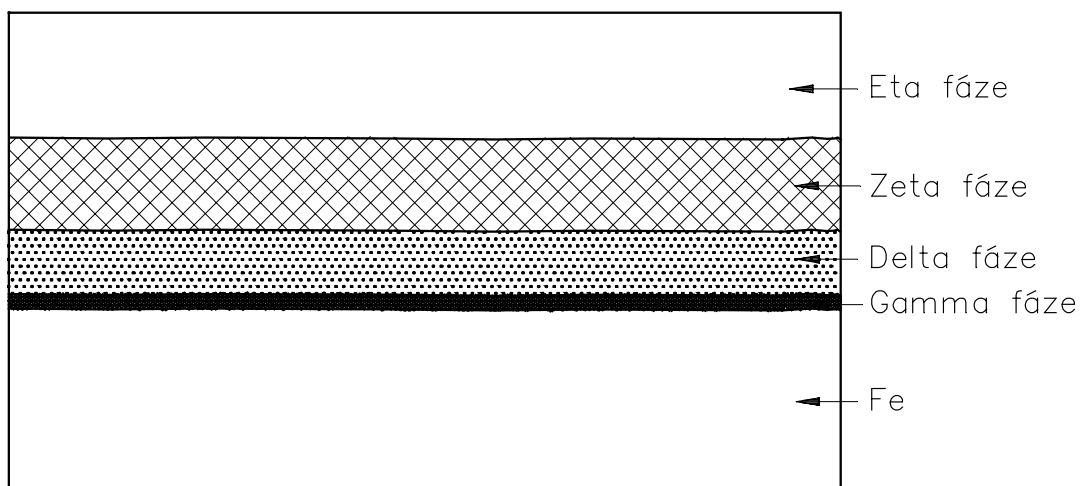
Pokovení ponorem do roztaveného kovu

Ponorové pokovování představuje nejstarší a nejrozšířenější technologický způsob pro získání kovových povlaků jako antikorozi ochrany ocelí a litin. Lze je charakterizovat snadností tvorby povlaků, možností hromadné a jednoduché výroby. Princip ponorového pokovování spočívá v ponoření oceli do roztaveného kovu a vytvoření slitinových fází na jejím povrchu. Tyto fáze pak tvoří základ pro povlak ochranného kovu při vyjímání součástí z taveniny. Z hlediska mechanických vlastností je důležité, aby slitinová vrstva (intermetalická fáze) byla co nejtenčí. Vrstvy jsou obvykle tvrdé, křehké a zhoršují přilnavost povlaku i jeho mechanické vlastnosti při tváření.

Žárově se pokovují plechy, pásy a dráty v kontinuálně pracujících linkách, nejčastěji se žárově nanáší zinek [3], cín, olovo a hliník.

Při ponoření ocelové součásti do roztaveného zinku proběhne na povrchu vzájemná reakce za vzniku slitinových fází železo-zinek. V těchto slitinových fázích klesá obsah železa od rozhraní směrem k povrchu. Po vytažení ze zinkové lázně ulpí na vrstvě slitinových fází vrstva čistého zinku [4].

Na obr. 2.1 je schématicky znázorněna struktura takto vytvořeného povlaku. Tloušťku povlaku a jeho vzhled ovlivňuje průběh reakce železo-zinek a také způsob tuhnutí vnější zinkové vrstvy. Mezi parametry, které ovlivňují průběh reakce železo-zinek patří zejména složení oceli (struktura, velikost zrn, vnitřní pnutí, drsnost povrchu), složení a teplota roztaveného zinku a doba ponoru.



Obr. 2.1 Příčný řez povlakem žárového zinku (schema struktury povlaku)

Eta fáze 0,03% Fe
Zeta fáze 5,8÷6,7% Fe
Delta fáze 7÷11,5 Fe
Gamma fáze 21÷28% Fe

Elektrolytické (galvanické) vylučování

Při elektrolytickém pokovení dochází k vylučování kovových povlaků působením vnějšího elektrického proudu nejčastěji z vodných roztoků. Tímto způsobem lze vylučovat kovy, jejichž vylučovací potenciál v dané soustavě je vyšší než vodíkový potenciál.[5,6,7,8,9,10]. Z vodných roztoků lze vylučovat povlaky stříbra, zlata, platiny, paladia, mědi, antimonu, železa, olova, cínu, niklu, kobaltu, kadmia, zinku a chrómu. Kovy s vysokým bodem tání (např. wolfram, iridium, molybden) a kovy se značně vysokým záporným standardním elektrodovým potenciálem (např. berylium, hořčík, hliník) lze vylučovat z tavenin.

Nanášení kovových povlaků rozprašováním ve vakuu

Podstatou procesu je odpařování a kondenzace par materiálu na povrchu součásti ve vysokém vakuu. Odpařovat lze téměř všechny kovy, oxidy kovů a kovové sloučeniny. Páry kovů jsou tvořeny elektricky neutrálními atomy, páry sloučenin jsou molekuly. Pohyb odpařovaných částic ve vakuu se řídí zákony prostorového sálání. Základním požadavkem pro získání jakostních vrstev je vytvoření takového vakua, aby při odpařování doletěly atomy kovu z odpařovacího tělíska k pokovované ploše přímočaře bez srážek s molekulami zbylého plynu. Vakuové pokovení lze použít pro výrobu tenkých vrstev pro účely optické a pro pokovení nevodivých materiálů (sklo, keramika, plasty) i jako povlaky pro ochranu materiálu proti korozi. Nejpoužívanějším kovem pro vytváření tenkých povlaků s vysokou stálostí a odrazivostí je hliník (zrcadla, odrazové plochy reflektorů, obrazovky televizorů). Dále se používají vakuové povlaky stříbra, mědi, niklu, chrómu a rhodia. Pro speciální účely slouží tenké povlaky z drahých kovů – zlato, platina a slitinové tenké povlaky – slitina mědi s hliníkem a slitina nikl – chróm. Jako antikorozi kovové povlaky vytvářené ve vakuu se používá hliník, zinek a kadmium. [11].

Dacrometizace

Nová metoda vytvářející povlak na bázi zinkových a hliníkových lamel byla vypracována v USA (Metal Coatings International Inc.) a v roce 1990 v Evropě firmou Dacral S.A. Jedná se o systém povrchové ochrany označovaný jako „dip-spin-bake“ (ponoř-odstřed'-vypal“) [12,13].

Technologie dacrometizace se skládá ze tří operací:

- předúprava součástí-čištění
- nanesení vrstvy
- vypálení vrstvy

Nanášení vrstvy se provádí ponorem do směsi, v níž jsou rozptýleny zinkové a hliníkové částice – lamely. Přebytný roztok z povrchu součástí se odstraní odstředováním a následuje vypalování při teplotě 300-310°C. Tímto postupem se vytvoří anorganická struktura povlaku zajišťující přilnavost a ochranu proti korozi. Součásti opatřené tímto povlakem vykazují kovově šedý vzhled. Tloušťka ochranné vrstvy je určena požadovaným stupněm ochrany. Pro vnitřní prostředí se nanáší 5-7μm, pro venkovní prostředí 8-10μm.

Dacrometizaci lze využít pro povrchovou ochranu malých součástí (šrouby, svorky, pružiny, čepy, podložky, matice...), která se provádí hromadným způsobem v bubnech nebo pro větší díly, kde se aplikuje elektrostatickým stříkáním na závěsech (automobilový průmysl). Ochrannými povlaky Dacrometu lze nahradit elektrolytické a žárové zinkování. K hlavním přednostem povlaků Dacromet patří:

- vylučuje nebezpečí vodíkové křehkosti
- poskytuje lepší korozní ochranu než elektrolytické zinkování (při stejné tloušťce povlaku)
- dosahuje srovnatelné ochrany proti korozi jako žárové zinkování
- jeho aplikace nepoškozuje životní prostředí.

Slitinové povlaky zinku

Na základě rostoucích požadavků na korozní odolnost elektrolyticky vylučovaných zinkových povlaků je světový výzkum zaměřen v posledních desetiletích na zinkové povlaky s legurami. Je to způsobeno především rozvojem automobilového průmyslu, který určuje hlavní směry rozvoje galvanotechniky a který přestal používat složité povlakové systémy měď-nikl-chróm a orientuje se téměř výhradně na zinkové a slitinové povlaky zinku. Mimo primárního požadavku, tj. zvýšení korozní odolnosti se požaduje u slitinových povlaků rovněž zlepšení mechanických vlastností (přilnavost, duktilita, kluzné vlastnosti, svařitelnost) [14,15,16,17]. Předmětem zájmu jsou slitinové povlaky Zn-Ni, Zn-Co, Zn-Fe, vylučované elektrolyticky, u nichž je obsah legur následující:

Tabulka 2.1 Slitinové povlaky zinku

Slitinový povlak	Legura	Obsah legury [% hmotn.]
Zn-Ni	Ni	9-15
Zn-Co	Co	0,6-1,2
Zn-Fe	Fe	0,3-0,6

Z hlediska elektrochemie fungují slitinové povlaky zinku stejně jako zinkové, tj. chrání ocel před korozí jako „obětovaná anoda“. Legury termodynamicky ušlechtilejšího kovu (Ni, Co, Fe) posunují potenciál slitin jen velmi málo ke kladným hodnotám, proto neexistují výrazné změny v chování těchto slitin v korozních makročlancích, ve srovnání s čistým zinkem. Odlišnost korozního chování a zvýšená korozní odolnost slitinových zinkových povlaků vyplývá ze stabilizujícího účinku legur při vytváření ochranné vrstvy korozních zplodin při korozním procesu. Významná je rovněž teplotní stabilita chromátových vrstev na slitinových povlacích zinku. Na čistém zinkovém povlaku si dobré ochranné účinky chromátové vrstvičky zachovávají jen při teplotách do 60°C. Při vyšších teplotách dochází ke ztrátě vázané vody, mění se amorfni struktura sloučenin na krystalickou a znemožní se pohyb chromanových aniontů vázaných ve vrstvě chromátu. Chromátová vrstva tím ztrácí schopnost chránit kov (zinek) před korozním napadením.

U slitinových zinkových povlaků se při tvorbě chromátové vrstvičky aktivně podílejí legury povlaku a stabilizují přechod od amorfni ke krystalické struktuře vrstvičky. Tato stabilizace se projeví i na významném zvýšení teplotní stability chromátových vrstev. Hraniční teplota použití chromátových povlaků na slitinových povlacích je následující:

Tabulka 2.2 Teplotní stabilita chromátových povlaků

Chromát na slitinovém povlaku	Hraniční teplota [°C] (krátkodobá expozice)
Zn-Co	120
Zn-Ni	160

Při dlouhodobé expozici je maximální teplota 100°C.

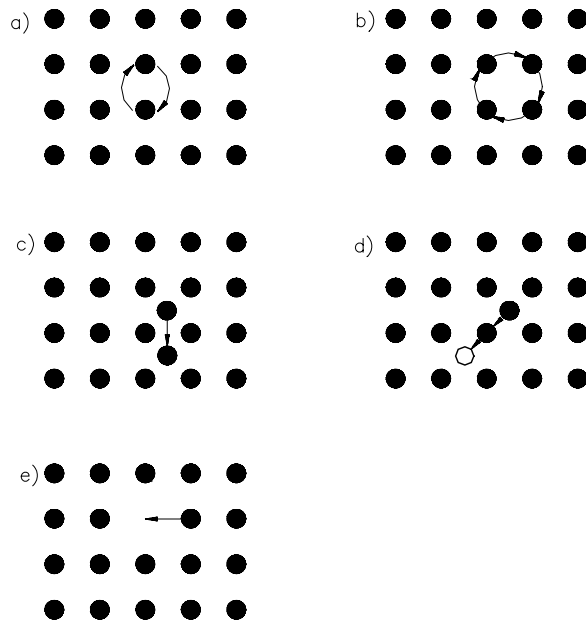
2.2 Difúze v kovech a slitinách

Difúze je proces zařazený do transportních jevů při němž dochází ke sdílení hmoty. Částice hmoty (molekuly, atomy, elektrony...) se při difúzních pochodech chaoticky pohybují vzhledem k sousedním částicím a dochází tak k jejich přenosu z místa vyšší koncentrace do míst s nižší koncentrací.

V tuhých kovech a slitinách je difúze jediným možným způsobem přenosu atomů. Základní podmínkou pro průběh difúzního procesu je dostatečně vysoká amplituda tepelných kmitů atomů, tj. dostatečně vysoká teplota.

Mechanismy difúze

Difúzní pohyb (migrace) atomů v krystalové mřížce se může uskutečňovat několika způsoby. V intersticiálních tuhých roztocích se difúze rozpuštěného prvku děje přeskoky atomů tohoto prvku z jedné intersticiální polohy do některé z neobsazených sousedních intersticiálních poloh.



Obr. 2.2 Schéma mechanismů difuze

- | | |
|-----------------------------|---|
| Výměnný mechanismus: | a) mezi dvěma sousedními atomy |
| | b) mezi čtyřmi sousedními atomy |
| Intersticiální mechanismus: | c) přechod z jedné intersticiální polohy do druhé |
| | d) vytlačení atomu z mřížkové polohy do intersticiální a zaujetí jeho místa |
| Vakanční mechanismus: | e) přechod atomu na prázdné místo |

Při difúzi v čistých kovech a v substitučních tuhých roztocích je možných způsobů migrace atomů mřížkou, tj. možných difúzních mechanismů více:

- výměnný mechanismus, který se uskutečňuje buď výměnou míst mezi dvěma sousedními atomy (obr. 2.2a), nebo současnou výměnou míst mezi více než dvěma sousedními atomy (obr. 2.2b),
- intersticiální mechanismus, při němž atom umístěný v intersticiální poloze v krystalové mřížce migruje buď přeskokem z jedné intersticiální polohy do některé ze sousedních intersticiálních poloh (obr. 2.2c), nebo zaujme jeden ze sousedních mřížkových uzlů a tím vytlačí příslušný atom do jiné intersticiální polohy (obr. 2.2d),

- vakanční mechanismus, při němž dochází k migraci vakantních míst v krystalové mřížce (obr. 2.2e).

K přemísťování atomů dochází i v čistých kovech a homogenních tuhých roztocích, kde neexistuje koncentrační rozdíl. Tento druh difúzního pohybu se nazývá autodifúze. Mezi zvláštní případy difúze v krystalických materiálech patří difúze po hranicích zrn, podél dislokačních čar nebo na volném povrchu.

Základní zákony difúze

Pro popis difúze platí Fickovy zákony. První Fickův zákon udává difúzní tok, „ J “ jako množství difundující látky s koeficientem, difúze „ D “, které při jejím gradientu koncentrace dc/dx projde jednotkovou plochou kolmou na směr difúze za jednotku času. první Fickův zákon platí pro stacionární difúzi, při níž koncentrace difundujícího prvku v daném místě nezávisí na čase:

$$J = -D \frac{dc}{dx}, \quad (2.1)$$

kde J je difúzní tok reprezentující rychlost difúze,

D je konstanta úměrnosti nazývaná koeficient difúze.

Záporné znaménko znamená, že tok difundujícího prvku probíhá ve směru snižující se koncentrace. V rovnovážném stavu systému je difúzní tok roven nule.

Jestliže se koncentrace prvku mění s časem nelze rovnici (2.1) použít. Druhý Fickův zákon uvažuje objemovou koncentraci „ c “ difundující látky a její změny v závislosti na čase a na poloze:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[D \frac{\partial c}{\partial x} \right], \quad (2.2)$$

kde „ t “ je čas.

Pro případ, že difúzní koeficient má konstantní hodnotu nezávislou na koncentraci, lze rovnici (2.2) popsat ve tvaru:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \left[\frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \right] \quad (2.3)$$

Řešení této rovnice závisí na okrajových podmínkách, zejména na tvaru a rozměrech difúzního článku. Probíhá-li difúze prvku v polonekonečném prostředí $0 < x < \infty$) na jehož rovinném rozhraní ($x = 0$) je udržována po celou dobu konstantní koncentrace c_1 a které před zahájením difúze má koncentraci c_0 . Pro koncentraci c v místě x a čase t pak platí: při difúzi směrem rostoucích hodnot x

$$\frac{c - c_0}{c_1 - c_0} = 1 - \operatorname{erf} \left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right] \quad (2.4a)$$

při difúzi směrem klesajících hodnot x

$$\frac{c - c_1}{c_o - c_1} = \operatorname{erf} \left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right] \quad (2.4b)$$

Funkce $\operatorname{erf} (x/2\sqrt{Dt})$ je Gaussův integrál chyb argumentu $x/2\sqrt{Dt}$, jehož hodnoty jsou tabelovány.

Závislost koeficientu difúze na teplotě

Koeficient difúze roste s teplotou dle empiricky zjištěné Arrheniovy rovnice

$$D = D_o \exp \left[\frac{-\Delta H}{RT} \right] \quad (2.5)$$

kde D_o je frekvenční faktor
 ΔH je aktivační entalpie difúze
 R je plynová konstanta
 T je absolutní teplota

Koeficient difúze se vztahuje vždy ke konkrétnímu prvku a konkrétnímu prostředí difúze. Koeficient difúze je mírou rychlosti difúze.

Rovnici (2.5) lze rozepsat:

$$D = g \chi r^2 f \exp \left[\frac{\Delta S^f + \Delta S^m}{R} \right] \exp \left[-\frac{\Delta H^f + \Delta H^m}{RT} \right] \quad (2.6)$$

kde g geometrická konstanta související s dimenzí oblasti
 χ frekvence přeskoků (za níž lze dosadit Debyeovu frekvenci)
 r délka elementárního přeskoků
 f korelační faktor (číslo jehož hodnota leží mezi 0 a 1 a které představuje míru vazby mezi náhodnými přeskoky při probíhající difúzi)
 ΔS^f entropie tvorby defektů
 ΔS^m entropie migrace defektů
 ΔH^f aktivační entalpie tvorby defektů
 ΔH^m aktivační entalpie migrace defektů
 R molární plynová konstanta
 T termodynamická teplota v Kelvinech

Porovnáním rovnice (2.5) a (2.6) platí pro hodnotu D_o vztah:

$$D_o = g \chi r^2 f \exp \left[\frac{\Delta S^f + \Delta S^m}{R} \right] \quad (2.7)$$

3 CÍL PRÁCE

Z provedené literární rešerše vyplynulo, že změny vlastností elektrolyticky vyloučených zinkových povlaků na oceli po tepelném zpracování nejsou popsány. V praxi bylo ověřeno, že původně čistý zinkový povlak se difúzními pochody v průběhu tepelného zpracování mění a vznikají intermetalické fáze železo-zinek, obdobně jako u žárově vylučovaných zinkových povlaků.

Předložená disertační práce si klade následující úlohy:

1. Ověřit tvorbu slitinových fází železa a zinku u zinkových povlaků vyloučených elektrolyticky na oceli po tepelném zpracování.
2. Stanovit limitní teplotu, při níž intermetalická fáze v zinkovém povlaku může vzniknout.
3. Navrhnout vhodné analytické metody pro zjištění přítomnosti slitinových fází železo-zinek a pro stanovení obsahu železa v intermetalické fázi železo-zinek.
4. Stanovit závislost tloušťky intermetalické fáze železo-zinek na době tepelného zpracování.
5. Analyzovat intermetalickou fázi u ocelí s různým obsahem křemíku v závislosti na teplotě a době expozice.
6. Charakterizovat vliv intermetalické fáze na kvalitu vyloučeného povlaku zinku, tj. na:
 - vzhled povlaku
 - přilnavost povlaku
 - tvárnost povlaku
 - tvrdost povlaku
7. Ověřit korozní odolnost zinkových povlaků po tepelném zpracování.

4 ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ

4.1 Příprava vzorků – elektrolytické zinkování a tepelné zpracování

Ocelové vzorky o rozměrech 30x80 mm byly v provozních podmínkách elektrolyticky pozinkovány na tloušťku 20-40 μ m. Zinkování bylo prováděno ve slabě kyselé zinkovací lázni při následujících podmínkách:

teplota lázně	20°C
stejnoseměrné napětí	U = 1,5V
proudová hustota	1,5A/dm ²

Vyloučené zinkové povlaky nebyly chromátovány ani jinak chemicky upravovány.

Tepelné zpracování bylo prováděno v komorové peci L 70-S (výrobce LAC, spol. s r.o. Rajhrad), ve které byla udržována teplota s přesností $\pm 1^\circ\text{C}$ elektronickým regulátorem.

Předepsaná doba expozice vzorku na dané teplotě byla sledována od okamžiku, kdy kontrolním termočlánkem dotýkajícím se povrchu vzorku byla detekována příslušná teplota. Poté byl vzorek z pece vyjmut a umístěn na keramickou destičku, kde se volně ochlazoval na teplotu místnosti.

4.2 Navržené analytické metody

Pro makroskopická pozorování do zvětšení 50x byla navržena stereolupa fy Olympus. Byla používána pro hodnocení defektů zinkových povlaků vzniklých po tepelném zpracování vzorků (puchýře, praskliny, odloupnutá místa...) a pro hodnocení tvárnosti zinkových povlaků po zkoušce ohybem na válcovém trnu.

Ke zjištění přítomnosti intermetalické fáze v zinkovém povlaku a měření její tloušťky bylo prováděno metalografické vyhodnocování vzorků na ploše řezu kolmé k povrchu. Pro hodnocení byly vzorky vybroušeny za mokra a vyleštěny diamantovými pastami do zrnitosti 1 μ m. K hodnocení a dokumentaci mikrostruktury byl používán světelný metalografický mikroskop Neophot 32 (výrobce Carl Zeiss Jena).

Pro mikroanalýzu byly použity vzorky z metalografického výbrusu příčného řezu zalisovaného do vodivé hmoty Mounting Resin-1 (výrobce fy Struers). Pro zlepšení vodivosti byly výbrusy napařeny uhlíkem.

Cílem rtg. mikroanalýzy bylo zjistit rozložení zinku a železa v zinkové vrstvě nanesené na oceli po tepelné expozici.

Mikroanalýza byla prováděna na rtg. energiově disperzním analyzátoru LINK připojeném na elektronový rastrovací mikroskop JSM-840. Byla použita metoda bodové analýzy po zvolené dráze napříč zinkovou vrstvou ve směru od povrchu zinkového povlaku k ocelovému podkladu.

U vybraných vzorků byla provedena kontrolní analýza rozložení zinku a železa v zinkové vrstvě metodou optické spektrometrie s dlouhým výbojem na zařízení u firmy LECO. Výhodou této metody je snadná příprava vzorků a rychlost analýzy. Vzorky není třeba připravovat metalograficky.

Tvárnost zinkových povlaků byla měřena a vyhodnocována ohybem na válcovém trnu.

Mikrotvrдость povlaku čistého zinku v porovnání s konstrukční ocelí 12 010 a se slitinovými fázemi Fe-Zn byla měřena podle Vickerse. K měření byl použit metalografický mikroskop Neophot 21 s mikrotvrdoměrem Haneman.

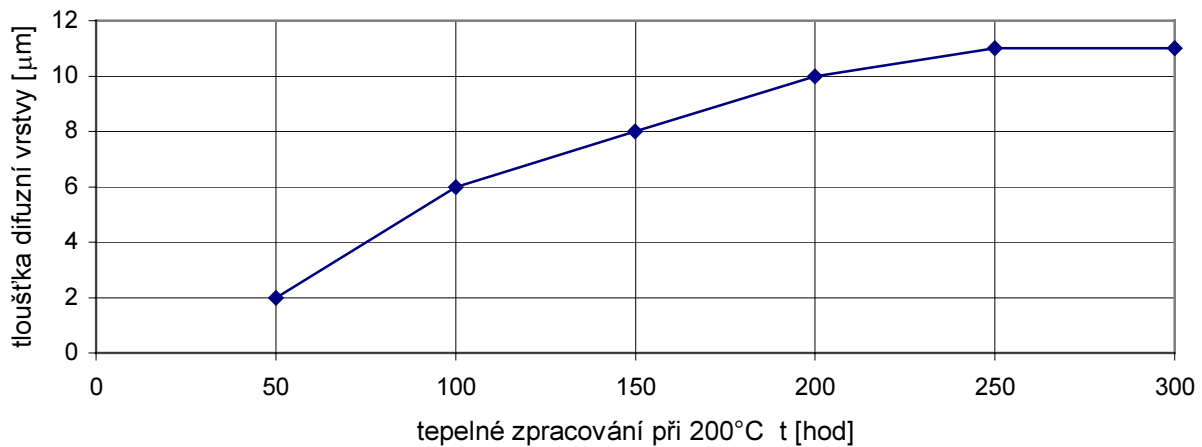
Testování korozní odolnosti zinkových povlaků bylo prováděno v mlze neutrálního roztoku chloridu sodného.

5 HLAVNÍ VÝSLEDKY PRÁCE

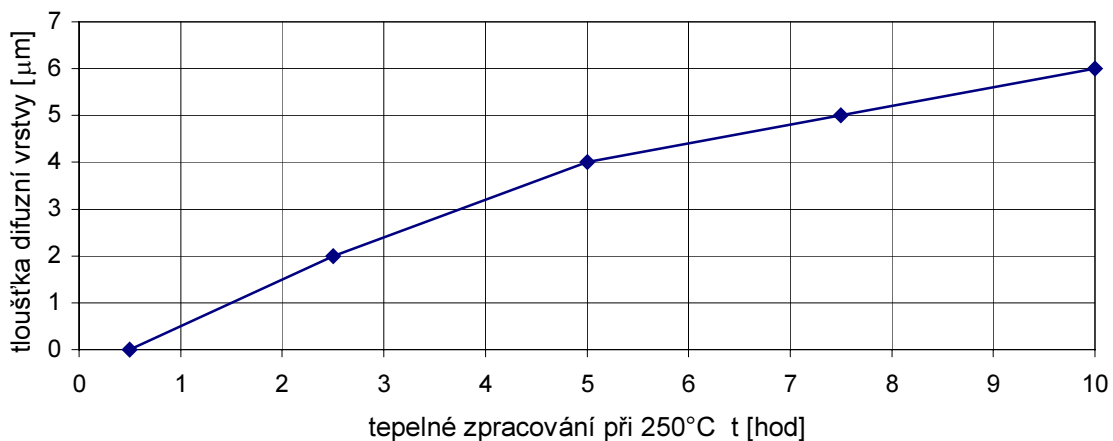
5.1 Závislost tloušťky intermetalické fáze Fe-Zn na době tepelného zpracování

Růst tloušťky slitinové fáze Fe-Zn v závislosti na teplotě a době tepelného zpracování byl ověřován na pozinkované oceli ČSN 41 1321. Z obr. 5.1 a 5.2 je zřejmé, že při teplotě 200°C a 250°C se jedná o lineární závislost a tloušťka difúzní vrstvy dosahuje hodnot 6-11 μm . Obdobný růst difúzní vrstvy v závislosti na době tepelného zpracování byl zjištěn u pozinkované oceli ČSN 41 2010, který byl tepelně zpracován při teplotě 270°C. U materiálů s vyšším obsahem křemíku (14 331 a WWB 600) roste difúzní vrstva v závislosti na době tepelného zpracování při 270°C pozvolněji a dosahuje hodnot 2-3 μm .

Obr. 5.1 Závislost tloušťky difuzní vrstvy Fe - Zn na době tepelného zpracování (ocel 11 321)



Obr. 5.2 Závislost tloušťky difuzní vrstvy Fe - Zn na době tepelného zpracování (ocel 11 321)



5.2 Výsledky mikroanalýz železa v zinkových povlacích

Výsledky mikroanalýz železa v zinkových povlacích vyloučených elektrolyticky na ocelích 11 321, 14 331, WWB 600 a následně tepelně zpracovaných, které byly naměřené rtg. energiově disperzní analýzou, byly zpracovány do tabulky 5.1.

Obsah železa v hmotnostních % byl do tabulky zanesen jako hodnota analýzy z horní poloviny difúzní vrstvy Fe-Zn.

Tabulka 5.1 Výsledky mikroanalýz železa v zinkových povlacích

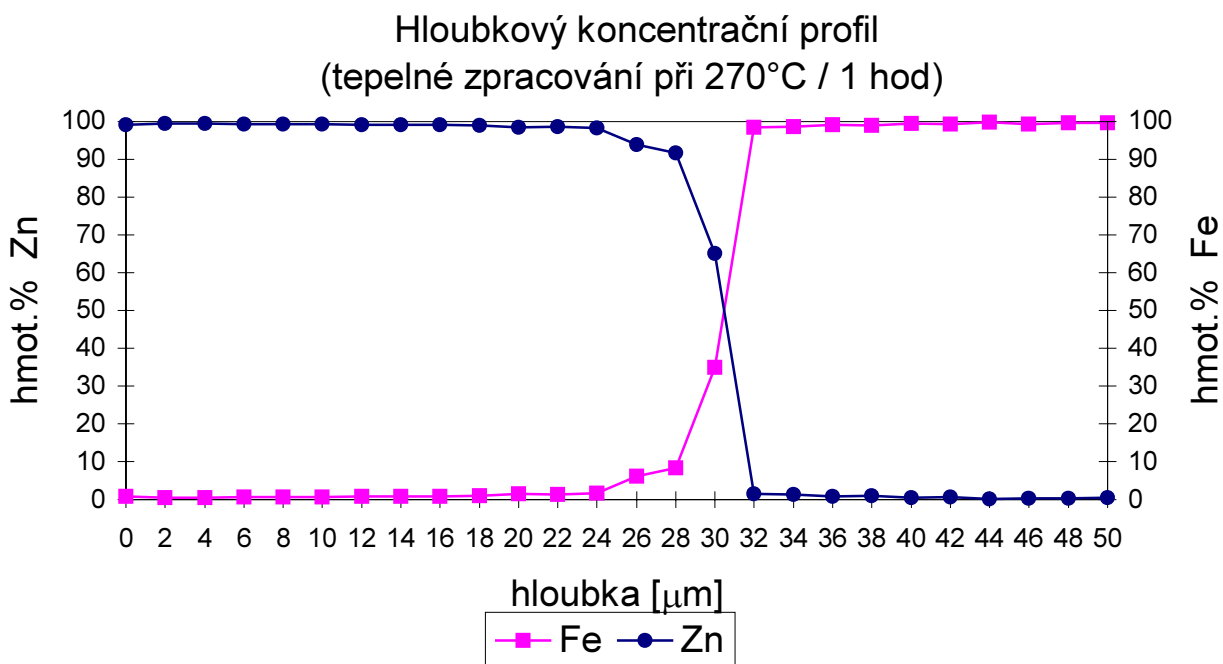
Základní materiál	ocel 11 321						ocel 11 321				
Tepelné zpracování při teplotě [°C]	200						270				
Doba tepelného zpracování [hod]	50	100	150	200	250	300	1	3	7	15	
Tloušťka difúzní vrstvy [μm]	2	6	8	10	11	11	4	8	10	8	
Obsah Fe [% hmotnostní]	1,088	7,863	9,547	7,205	7,909	8,518	8,386	9,008	6,255	8,194	
Základní materiál	ocel 14 331					ocel WWB 600					
Tepelné zpracování při teplotě [°C]	270					270					
Doba tepelného zpracování [hod]	0,5	1,0	2,0	4,0		7,0	0,5	1,0	2,0	4,0	7,0
Tloušťka difúzní vrstvy [μm]	0,5	1	1	2	3		0,5	1	1,5	2,0	2,0
Obsah Fe [% hmotnostní]	5,116	6,555	2,860	12,721	1,759		2,615	2,900	9,605	8,025	2,839

Výsledky analýz provedené metodou optické spektrometrie s doutnavým výbojem na spektrofotometru LECO byly zpracovány do tabulky 5.2

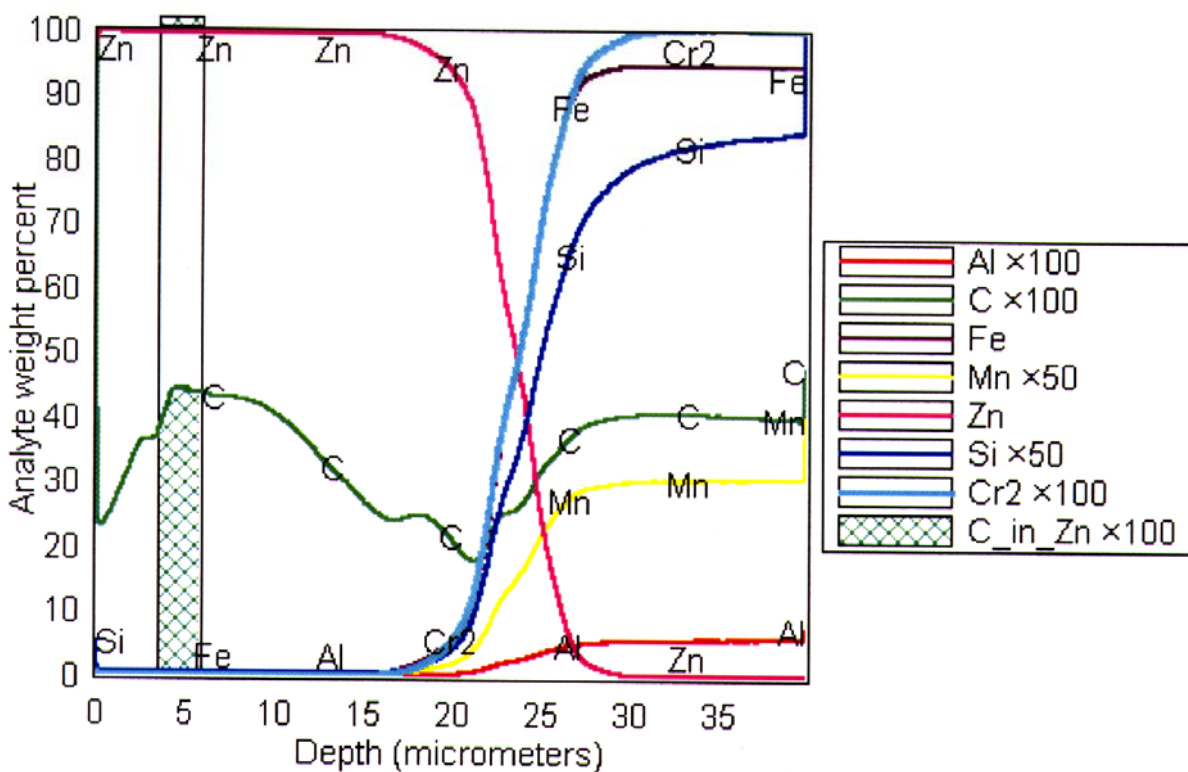
Tabulka 5.2 Obsah železa v zinkové difúzní vrstvě

Vzorek číslo	Základní materiál	Tepelné zpracování při teplotě [°C]	Doba tepelného zpracování [hod]	Obsah Fe v difúzní zinkové vrstvě [% hmotn.]
1	11 321	-	-	0,00
18	11 321	270-	3	3,55
15	11 321	200	200	4,50
16	11 321	100	500	0,00
17	11 321	270	15	5,50
35	11 321	270	7	4,30
2	14 331	270	7	0,011
3	WWB 600	270	7	0,006

Příklady hloubkového koncentračního profilu získaného rtg. energiově disperzním analyzátozem LINK je na obr. 5.3, příklad hloubkového profilu z analýzy optickou spektrometrií s doutnavým výbojem je na obr. 5.4.



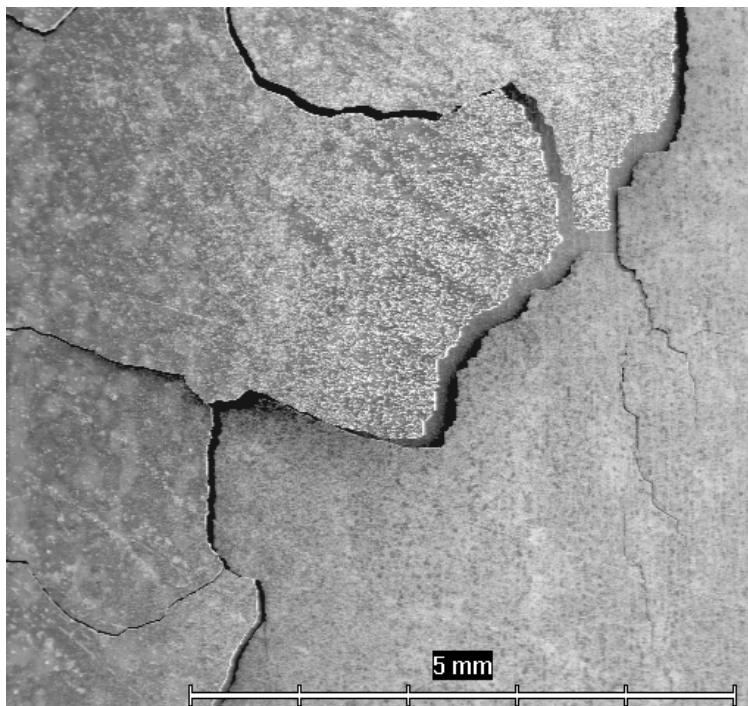
Obr. 5.3 Analýza železa v zinkovém povlaku (ocel 11321)



Obr. 5.4 Hloubkový profil vz. 3

5.3 Výsledky ověřování vlivu intermetalické fáze Fe-Zn na kvalitu elektrolyticky vyloučených zinkových povlaků

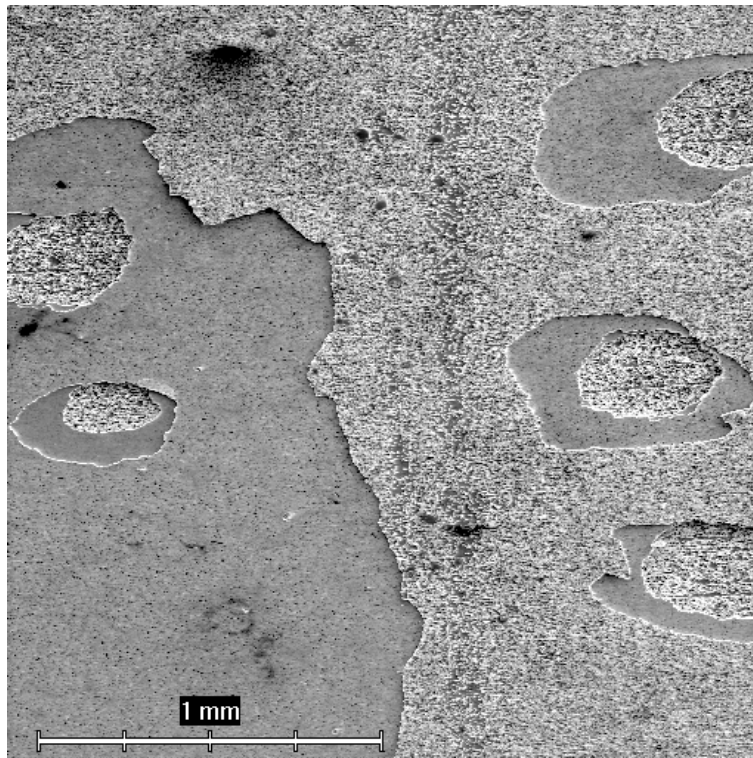
Po tepelném zpracování dochází ke ztrátě lesku zinkových povlaků. Původní stříbřitá barva zinku se mění na šedožlutou. Povlaky zinku vykazují praskliny, puchýře a místní odlupování (obr. 5.5 až obr. 5.8). Původní homogenní, dobře přilnavá zinková vrstva se rozdojila. Spodní vrstva je tvořena slitinovou fází Fe-Zn a horní vrstva čistého zinku vykazuje nevyhovující přilnavost (obr. 5.9, obr. 5.10).



Obr. 5.5 Praskliny Zn povlaku

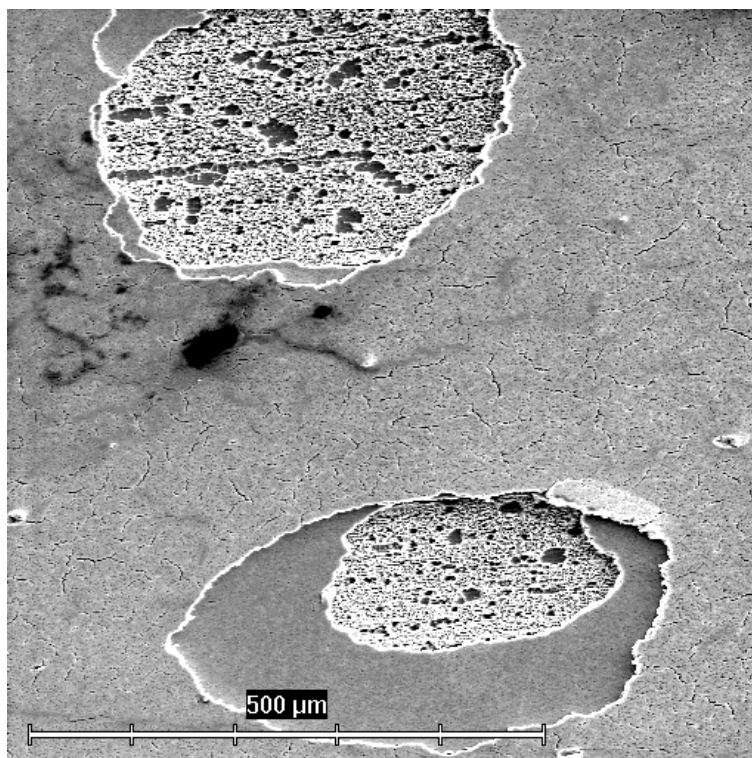


Obr. 5.6 Puchýře Zn povlaku



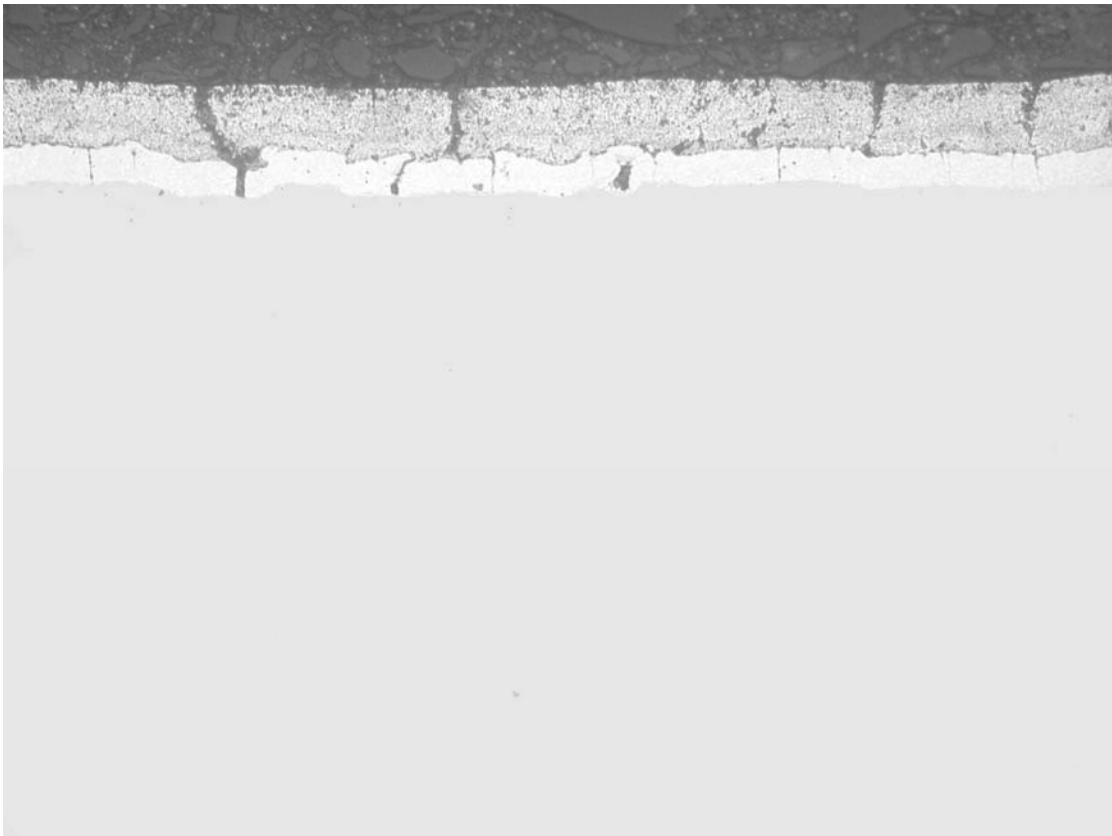
Obr. 5.7

Odlupování Zn povlaku



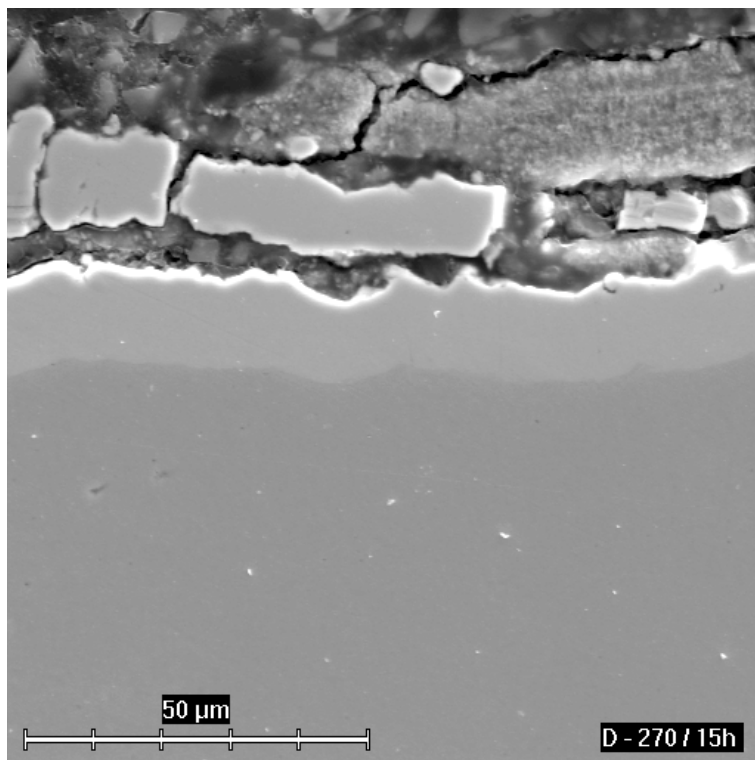
Obr. 5.8

Odlupování Zn povlaku



Obr. 5.9

Příčný řez rozvrstveného Zn povlaku



Obr. 5.10

Příčný řez odlupujícího se Zn povlaku

Výsledky měření tvárnosti zinkových povlaků ohybem na válcovém trnu byly zpracovány do tabulky 5.3.

Tabulka 5.3 Výsledky měření tvárnosti zinkových povlaků

Vzorek č.	h	d_1 [mm]	Expozice při 250°C [hod]	d [mm]	D_1 [%]	Lom povlaku
3	9,8	1,05	0,5	25	4,03	ne
4	10,3	1,04	0,5	20	4,94	ne
7	10,7	1,04	0,5	16	6,10	ne
8	10,2	1,05	0,5	10	9,50	ne
13(ref)	9,5	1,04	0,0	10	9,42	ne
6	9,3	1,04	2,5	5	17,21	ne
14	9,3	1,03	2,5	5	17,08	ne
2(ref)	9,2	1,05	0,0	5	17,35	ne
1	10,9	1,04	5,0	5	17,21	ne
6	9,3	1,04	7,5	5	17,21	ne
16	11,7	1,05	10,0	5	17,35	ne
18	24,2	1,06	10,0	25	4,06	ne
10	24,0	1,04	10,0	16	6,10	ano
9	24,7	1,04	10,0	10	9,42	ano
5	24,9	1,07	10,0	5	17,62	ano
17(ref)	24,0	1,07	0,0	5	17,62	ne

Legenda:

h - průměrná tloušťka zinkového povlaku, d_1 - celková tloušťka zkušebního tělesa, d - průměr trnu, D_1 - tvárnost povlaku, (ref) - označení referenčního vzorku.

Urychlené korozní zkoušky byly prováděny dle ČSN ISO 9227 – Korozní zkoušky v umělých atmosférách. Zkouška solnou mlhou, metoda NSS.

Režim zkoušky: teplota: $35 \pm 2^\circ\text{C}$
 5%-ní roztok chloridu sodného
 množství spadu mlhy: 1-2 ml/hod na ploše 80cm^2
 pH spadu: 6,5-7,2

Doba trvání zkoušky: 360 hodin

K vyhodnocení rozsahu koroze základního materiálu byla použita ČSN EN ISO 10 289. Dle obrázkových standardů uvedených v příloze B této normy byla stanovena zkorodovaná plocha v % a stupeň ochrany R_p . Výsledky hodnocení jsou uvedeny v tabulce 5.4.

Tab. 5.4 Výsledky hodnocení koroze základního materiálu

Vzorky bez tepelného zpracování			Vzorky tepelně opracované		
č. vzorku	zkorodovaná plocha [%]	stupeň ochrany R_p	č. vzorku	zkorodovaná plocha [%]	stupeň ochrany R_p
36	50	1	28	>50	0
29	50	1	3	>50	0
27	25	2	40	>50	0
26	25	2	33	>50	0
32	50	1	39	>50	0

Z výsledků rozsahu korozního napadení základního materiálu u pozinkovaných vzorků u nichž bylo provedeno tepelné zpracování za účelem vzniku intermetalické fáze Fe-Zn vyplynulo, že stupeň ochrany R_p je u všech hodnocených vzorků roven 0. Povrchová úprava oceli čistým zinkovým povlakem vyloučeným elektrolyticky vykazuje stupeň ochrany 1 až 2 a je proto z korozního hlediska výhodnější.

Měření mikrotvrdosti bylo prováděno na příčných řezech povlaků čistého zinku a povlaku se slitinovými fázemi Fe-Zn na mikrotvrdoměru Haneman při zatížení 0,02 N.

Výsledky měření mikrotvrdosti jsou následující:

Měřená vrstva	HV ^{0,02}
Čistý zinek	90
Slitinová fáze Fe-Zn	237
Konstrukční ocel 12 010	276

5.4 Diskuse experimentálních výsledků

Předkládaná práce se zabývá změnami vlastností elektrolyticky vyloučených zinkových povlaků na oceli po jejich tepelném zpracování. Přestože galvanické zinkování zaujímá v procesech elektrolytického vylučování antikorozních kovových povlaků přední místo, není v literatuře vliv teploty na stabilitu a vlastnosti zinkových povlaků popsán. Důvodem může být skutečnost, že vlastní elektrolytické vylučování zinkových povlaků probíhá při teplotách maximálně do 30°C a difúzní pochody vyžadují teplotu o řád vyšší.

Cílem předkládané práce bylo proto doplnit chybějící informace o difúzních pochodech v elektrolyticky vyloučených zinkových povlacích v závislosti na teplotě a době expozice, ověřit analytické metody pro zjištění slitinových fází Fe-Zn a charakterizovat vliv intermetalických fází na kvalitu vyloučeného zinkového povlaku. Navržené analytické metody se při experimentálním ověřování slitinových fází Fe-Zn v zinkových povlacích osvědčily následovně:

- metalografická mikroskopie
ke zjišťování přítomnosti intermetalických fází a určování jejich tloušťek – velmi průkazná a spolehlivá metoda
- mikroanalýza na rtg. energiově disperzním analyzátoru LINK
ke zjišťování rozložení železa a zinku v zinkových vrstvách – použitelná avšak nepříliš spolehlivá metoda
- optická spektrometrie s doutnavým výbojem (GD-OES)
ke zjišťování rozložení železa a zinku v zinkových vrstvách – velmi rychlá a spolehlivá metoda
- rentgenová difrakční analýza
ke zjišťování intermetalických sloučenin – průkazná a spolehlivá metoda.

Další navržené metody pro ověřování vlastností zinkových povlaků, tj.

- měření tvárnosti ohybem na válcovém trnu
- měření mikrotvrdosti mikrotvrdoměrem Haneman
- ověřování korozní odolnosti v mlze neutrálního roztoku chloridu sodného

lze hodnotit jako metody spolehlivé a účelné.

Výsledky provedených experimentů prokázaly, že při teplotách nad 250°C vznikají v zinkovém povlaku intermetalické fáze Fe-Zn, které svým složením odpovídají dle fázového diagramu fázím ξ a δ . Stanovení obsahu železa v těchto fázích bodovou mikroanalýzou na rtg. energiově disperzním analyzátoru LINK se ukázalo jako problematické, neboť obsah železa byl touto metodou zjištěn i u povlaků zinku, kde intermetalické fáze nebyly metalograficky zjištěny.

Výsledky stanovení obsahu železa v intermetalických fázích získané metodou optické spektrometrie s doutnavým výbojem na spektrofotometru LECO SA-200 je třeba považovat za přesnější. V hloubkových koncentračních profilech získaných oběma metodami lze sledovat prodlevy, které charakterizují elektronové sloučeniny. Jejich identifikace byla provedena rentgenovou difrakční analýzou, byla prokázána přítomnost elektronových sloučenin FeZn₄, Fe₃Zn₇.

Vliv obsahu křemíku v základním materiálu na tvorbu intermetalických fází Fe-Zn byl experimentálně rovněž prokázán. Bylo zjištěno, že při obsahu křemíku do 0,40% hmotnostních je růst intermetalických fází v závislosti na čase tepelného zpracování lineární.

Přítomnost intermetalických fází v zinkovém povlaku ovlivňuje jeho vlastnosti. Čistý zinek je měkký kov (HV = 90^{0,02}) zatímco slitinové fáze Fe-Zn jsou velmi tvrdé (HV = 237^{0,02}). Ovlivňují nepříznivě jeho tvárnost, která se sníží o cca 75%. Rovněž korozní odolnost zinkových povlaků s intermetalickými fázemi je nižší ve srovnání s čistým zinkovým povlakem.

6 ZÁVĚR

Zinkování oceli a litiny je jedním z nejstarších způsobů protikorozní ochrany kovů. Francouz Sorel si patentoval žárový způsob nanášení zinkových povlaků již v roce 1837. Elektrolytické vylučování zinkových povlaků je datováno zhruba od roku 1850.

V posledních desetiletích došlo k rozšíření elektrolytického zinkování zejména z důvodu rozvoje automobilového průmyslu, který zinkovými povlaky nahradil dříve hojně používané povlaky Cu-Ni-Cr a Ni-Cr.

I přes tuto bohatou historii používání zinkových povlaků v technické praxi nebyly doposud publikovány práce, které popisují vliv teploty na stabilitu a vlastnosti elektrolyticky vylučovaných zinkových povlaků. Cílem předložené práce byla právě tato problematika.

V technické praxi se provádí tepelné zpracování elektrolyticky vyloučených zinkových povlaků na ocelích s pevností v tahu nad 1050 MPa za účelem snížení vodíkové křehkosti. Tepelné zpracování pozinkovaných součástí se musí provádět nejpozději do 4 hodin po elektrolytickém pokovení. Doporučená teplota je v rozsahu od 190 do 220°C, doba od 8 do 24 hodin. Vznik intermetalických fází Fe-Zn nelze při uvedených podmínkách odvodíkování vyloučit. Dalším příkladem, kdy je nutné elektrolyticky vyloučené povlaky zinku na oceli vystavit teplotám nad 200°C je polymerace nátěrů nanesených na zinkových povlacích. I v tomto případě může dojít ke snížení přilnavosti zinkového povlaku projevující se jeho puchýřováním a odlupováním.

Na základě provedených experimentálních měření lze konstatovat, že bylo dosaženo vytýčených záměrů.

Bylo prokázáno, že limitní teplota pro vznik intermetalických fází Fe-Zn v zinkových povlacích je 200°C. Potřebná doba expozice při této teplotě se pohybuje v desítkách až stovkách hodin. Při 250°C se doba expozice sníží o řád. Při teplotě 270°C dochází k oddělování horní zinkové vrstvy od intermetalických fází Fe-Zn, což se projevuje vizuálně praskáním a odlupováním zinkového povlaku. Z toho vyplývá, že pro praxi je akceptovatelná teplota maximálně 200°C po dobu několika hodin, kdežto zcela nepřijatelné jsou ohřevy nad 250°C prováděné i krátkodobě v minutách.

Pro stanovení obsahu železa v intermetalických fázích byly navrženy 2 metody. Rentgenová energiově disperzní mikroanalýza a optická spektrometrie s doutnavým výbojem. Experimentálně bylo zjištěno, že optickou spektrometrií s doutnavým výbojem lze dosáhnout přesnějších výsledků. Obsah železa v intermetalických fázích v zinkových povlacích vylučovaných na základních materiálech s různým obsahem křemíku byl metodou rtg. energiově disperzní naměřen v rozsahu od 1,088 do 12,721% hmotnostních, metodou optické spektrometrie s doutnavým výbojem v rozsahu od 0,006 do 5,50% hmotnostních. Dle fázového diagramu železo-zinek se jedná o fáze ξ a δ . Existence elektronových sloučenin byla potvrzena i rentgenovou difrakční analýzou. Byly identifikovány sloučeniny FeZn_4 , Fe_3Zn_7 . Byl ověřen vliv intermetalických fází na kvalitu zinkových povlaků měřením mikrotvrdosti, tvárnosti a ověřováním korozní odolnosti.

Zjištěná tvrdost slitinových fází $\text{HV}^{0,02} = 237$ je srovnatelná s tvrdostí konstrukčního materiálu 12 010 ($\text{HV}^{0,02} = 276$), zatímco čistý zinek má tvrdost $\text{HV}^{0,02} = 90$.

Tvárnost zinkových povlaků s intermetalickými fázemi Fe-Zn ověřovaná ohybem na válcovém trnu činila při tloušťkách 24 μm Zn pouze 4,06%, zatímco tvárnost čistého zinkového povlaku činila 17,62%.

Korozní odolnost zinkových povlaků se slitinovými fázemi Fe-Zn, ověřovaná urychlenými korozními testy v neutrální solné mlze, prokázala, že po 360 hodinové expozici došlo u všech pěti vzorků ke zkorodování základního materiálu na ploše větší jak 50%. U čistého zinkového povlaku činila zkorodovaná plocha u 2 vzorků 25% a u 3 vzorků 50%.

7 POUŽITÉ INFORMAČNÍ ZDROJE

- [1] Krejčík, V.: Povrchová úprava kovů I., Praha SNTL 1988
- [2] Ambrož, O., Kašpar, J.: Žárové nástřiky a jejich průmyslové využití, SNTL Praha 1990
- [3] Federálne ministerstvo hutníctva a ťažkého strojárstva: Žiarové zinkovanie, Praha 1982
- [4] Zmrzlý, M.: Diplomová práce: Corrosion protection of steel by diffusion zinc coatings, VUT – fakulta chemická, Brno 2001
- [5] Doškár J.: Základy galvanotechniky, Praha SNTL 1953
- [6] Kopec, R., Maštalíř, R., Mudroch, O.: Přehled galvanotechniky, Praha, Nakladatelství Práce 1955
- [7] Ruml, V., Soukup, M.: Galvanické pokovení, Praha SNTL 1981
- [8] Krejčík, V.: Povrchová úprava kovů II., Praha SNTL 1988
- [9] Dettner, H.W., Elze, J.: Handbuch der Galvanotechnik, Mnichov, C. Hansen Verlag 1964
- [10] Frank N.Speller: Corrosion Causes and Prevention, Mc Graw-Hill Book Company, Inc., New York and London, 1935
- [11] Eckertová L.: Fyzika tenkých vrstev, Praha SNTL 1973
- [12] Lonca, M.: Dacrometisierung sonderdruck aus Heft Nummer 3, Band 80 (1989) Galvanotechnik, Saulgan Eugen G. Lenze Verlag
- [13] Ondráček, R.: Diplomová práce: Protikorozi ochrana součástí galvanickým pokovováním, Mendelova zemědělská a lesnická univerzita, fakulta agronomická, Brno 2002
- [14] Kreibich, V.: Kompozitní a slitinové povlaky v galvanotechnice, Sborník XXIII. Celostátního aktivu galvanizérů, Jihlava 1990, s. 187-195
- [15] Holík, J. a kol. : Slitinové a kompozitní povlaky, zpráva VTÚO Brno, 1991
- [16] Holík J. a kol.: Slitinové povlaky, zpráva VTÚO Brno, 1992
- [17] Szelog, P. a kol.: Slitinové povlaky, zpráva SVÚOM, Praha 1991

8 CURRICULUM VITAE

Josef Trčka

Datum a místo narození:

2.8.1947 Brno

Trvalé bydliště:

Sadová 23, 679 04 Adamov, tel. 516 446 884

Vzdělání

1965 maturitní zkouška

SVVŠ Moravská Třebová

1970 státní zkouška

procesy a zařízení chemických výrob, VŠCHT Pardubice

1972 kurz elektrochemie

Katedra fyzikální chemie Karlovy univerzity v Praze

aplikované na

galvanotechniku

1986 postgraduální studium

Ochrana proti korozi, Slovenská vysoká škola technická

v Bratislavě

2002 státní zkouška

Fch VUT Brno

Dosavadní zaměstnání

1995

ředitel Odboru materiálového inženýrství VTÚO Brno

Veslařská 230, 637 00 Brno, tel. 543562104, e-mail:

trcka@vtuo.cz

odborný asistent (zkrácený úvazek), Ústav chemie

materiálů, Fch, VUT Brno, Purkyňova 118, 612 00

Brno

Předchozí zaměstnání

1971

vedoucí útvaru Metalurgie a chemie, Adamovské

strojířny, a.s. Adamov

Jazykové znalosti

Ruština, maturitní zkouška

Angličtina, zkouška II. stupně

PUBLIKACE VZTAHUJÍCÍ SE K DISERTAČNÍ PRÁCI

PADĚRA, M., TRČKA, J., SOUČEK, K., KOSTOLSKÝ, J., Přílnavost galvanicky vyloučených zinkových povlaků a její ovlivnění teplotou, *Koroze a ochrana materiálu* 1988, roč. 32, č. 4, s. 62-66

KOVÁŘ, V., TRČKA, J., FIALA, J., Hodnocení vybraných funkčních vlastností povlaků nanesených žárovými nástřiky, *METAL* 2001, Ostrava. ISBN 80-85988-56-9

JANČOVÁ, E., TRČKA, J., Moderní technologie ochrany kovových výrobků proti korozi, *Sborník z Konzervátorského a restaurátorského semináře*, 2001, České Budějovice, s. 69-71.

TRČKA, J., Přílnavost galvanicky vyloučených zinkových povlaků a její ovlivnění teplotou, *Sborník z technického semináře Nové technológie a materiály používané pri výrobe a opravách špeciálnej techniky*, 2002, Trenčín, s. 163-172

TRČKA, J., FIALA, J., BUCHAROVA, L., Adhesion of electroplated zinc coatings and the influence of temperature, *2nd Meeting of Chemistry & Life*, 2002, Brno, s. 221-225. ISSN 0009-2770.

PUBLIKACE OSTATNÍ

Knižní publikace

Kříž, R., Trčka, J.: Tabulky materiálů pro strojírenství, I. část, kovové materiály – železné kovy, Ostrava: Montanex 1999, ISBN 80-85780-92-5

Kříž, R. a kol.: Tabulky materiálů a předvýrobků pro strojírenství, III. část, materiály výrobní nekovové, provozní a pomocné, Ostrava, Montanex 2001, ISBN 80-7225-044-2

Časopisecké publikace

Paděra, M., Trčka, J. a kol.: Provozní zkušenosti s mezioperačním čištěním v horkých chlorovaných uhlovodících. Povrchové úpravy 1-2, 1987, s. 91-96

Příspěvky ve sbornících a z konferencí v cizím jazyce

Trčka, J., Fiala, J., Blažíková, J.: Testing of Nickel-Polytetrafluorethylene Protective Coatings. *Proceedings of the 9th International Metallurgical Conference METAL 2000*. Ostrava 16.-18.5.2000 ed. TANGER spol. s r.o. Ostrava p.82 (ISBN 80-85988-48-8)

Trčka, J., Fiala, J.: Metal-Polytetrafluorethylene Corrosion Resistant Coatings, *Proceedings of the 1st International Conference „Chemistry and Life“*, M. Veselý et al eds., Faculty of Chemistry of Brno University of Technology, Brno 1999 (pp. 72-74) ISBN 80-214-1371-9

Kovář, V., Trčka, J., Fiala, J.: Analysis of Mechanical Properties of Thin Films Systems from Dependence of King of Information and Value of Loading. *Proceedings of the 10th International Metallurgical and Materials Conference METAL 2001*, Ostrava 15.-17.5.2001 ed. Tanager spol. s r.o. Ostrava, ISBN 80-85988-56-9

Příspěvky ve sbornících z národních konferencí

Trčka, J., Fiala, J.: Kompozitní povlak nikl-polytetrafluorethylen. *Sborník XXXIII. celostátního aktivu galvanizérů*, Jihlava 1.-2. února 2000, vydavatel Česká společnost pro povrchové úpravy a Dům kultury odborů, s.r.o. Jihlava, s. 21-28

Trčka, J., Pilátová, I., Fiala, J.: Povrchová ochrana kovů kompozitními materiály, *Sborník národní konference TRANSFER 99*, Brno, 7.-8.6.1999, vydavatel: Vysoké učení technické v Brně, ISBN 80-214-1341-7

Trčka, J., Fiala, J.: Kompozitní povlak Ni-PTFE. *Sborník 6. odborného semináře „Materiály a technologie ve výrobě speciální techniky“*. Vydavatel: Katedra materiálů a technologie speciální výroby VA Brno, Brno 2001, s. 71-76.

Patenty a autorská osvědčení

Autorské osvědčení č. 274368 na vynález PV 06288-88, Zařízení na vytváření povlaků na předmětech s neprůchozími otvory

Autorské osvědčení č. 274349 na vynález PV 07040-89, Zařízení na vytváření povlaků na předmětech s neprůchozími otvory

Výzkumné zprávy

18 výzkumných zpráv VTÚO Brno z období 1996-2002

ABSTRACT

Zinc finds a wide-range exploitation in the technical practice, especially, in the field of anticorrosion protection of steel. Some technologies enable electrodepositing of protective zinc coating on the surfaces of steels parts. The oldest one is hot dip galvanizing, where steel parts are dipped into the bath of liquid zinc, and the coating is formed on the surfaces during this process, the last mentioned is composed of alloy inter-layers Fe-Zn and a layer of pure zinc on the surface. During galvanizing, the compact layer of pure zinc is formed on the steel surface, which is asked to be of decorative appearance in addition to provision of anticorrosion protection.

Effect of temperature on stability and features of electrodeposited zinc coatings is not described in the technical literature. The purpose of this work was to verify stability and changes of features of electrodeposited zinc coatings on steel after their heat treatment.

The experimental tests discovered the formation of inter-metallic alloy layers Fe-Zn in zinc coatings at the temperature of 200°C. At the temperature of 270°C, the upper zinc layer starts to separate from alloy layers which phenomenon is visualized by cracking and spalling of zinc layer.

Iron content in alloy phases has been estimated, experimentally, using two methods. In dependence on exposition duration and steel composition, the maximum iron content was evaluated as 12.7 mass percent. Using X-ray diffraction analysis, the FeZn_4 and Fe_3Zn_7 compounds have been identified in zinc coating. Inter-metallic phases in zinc coating are hard and brittle, and deteriorate its ductility and corrosion resistance.