STU MTF
SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
MATERIÁLOVOTECHNOLOGICKÁ FAKULTA SO SÍDLOM V TRNAVE

ODBORNÉ MONOGRAFIE

POROVNANIE TECHNOLOGICKÝCH MOŽNOSTÍ PLAZMOVÉHO A ELEKTROCHEMICKÉHO LEŠTENIA ANTIKORÓZNYCH OCELÍ V ELEKTROLYTE

Ing. Dušan Vaňa, PhD.

© Materiálovotechnologická fakula so sídlom v Trnave
Ing. Dušan Vaňa, PhD.

Recenzenti: prof. Ing. Milan Marônek, PhD.
prof. Ing. Pavol Sejč, CSc.
doc. Ing. Harold Mäsiar, CSc.

Táto monografia bola schválená v súlade so Smernicou rektora č. 11/2012-N na základe rozhodnutia Vedenia MTF STU č. 126 z 26. 3. 2013 ako odborná monografia.

SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave

Ing. Dušan Vaňa, PhD.

POROVNANIE TECHNOLOGICKÝCH MOŽNOSTÍ PLAZMOVÉHO A ELEKTROCHEMICKÉHO LEŠTENIA ANTIKORÓZNYCH OCELÍ V ELEKTROLYTE

THE INVESTIGATION OF TECHNOLOGICAL PROPERTIES BETWEEN ELECTRO AND PLASMA POLISHING OF STAINLESS STEELS IN ELECTROLYTE

Ing. Dušan Vaňa, PhD., Výskumné pracovisko progresívnych technológií, Materiálovotechnologická fakulta STU, Paulínska 16, 917 24 Trnava

e-mail: dusan.vana@stuba.sk

Abstrakt

Daná publikácia rieši problematiku z oblasti povrchovej úpravy výrobkov z antikoróznych austenitických ocelí. Cieľom práce je experimentálne porovnať možnosti dvoch alternatívnych spôsobov leštenia: plazmového leštenia v elektrolyte a klasického elektrochemického spôsobu leštenia. Skúmanými vlastnosťami oboch procesov je rýchlosť nárastu lesku a jej maximálna dosiahnuteľná hodnota, rýchlosť poklesu drsnosti lešteného povrchu a jej minimálna dosiahnuteľná hodnota, rýchlosť a rovnomernosť úberu materiálu z lešteného povrchu a vplyv vyčerpanosti používaného elektrolytu na tieto vlastnosti. Súčasťou práce je aj výber vhodného zloženia elektrolytu a parametrov procesu na základe analýzy informácií získaných z literárnych zdrojov. Najrozsiahlejšia časť práce je venovaná výsledkom experimentov zameraných na skúmanie vybraných technologických vlastností procesu plazmového leštenia, procesu elektrochemického leštenia a ich vzájomným porovnaním. Výsledky riešenia predloženej publikácie potvrdili predpoklad, že proces plazmového leštenia v elektrolyte dosahuje vo všetkých hodnotených ohľadoch lepšie vlastnosti než klasický proces elektrochemického leštenia. Rozšírením poznatkov o vlastnostiach a prednostiach procesu má predložená publikácia ambíciu prispieť k rýchlejšiemu rozšíreniu tejto relatívne novej technológie do priemyselnej výroby a v konečnom dôsledku k nahradeniu existujúceho spôsobu leštenia kovového povrchu ekologicky výhodnejšou alternatívou.

Kľúčové slová: antikorózna oceľ, leštenie, elektrolyt, plazma, lesk, drsnosť povrchu.

Abstract

The presented publication is focused on the field of surface finishing of austenitic stainless-steel products. The aim is in experimental comparison of technological possibilities between two alternative polishing methods: plasma polishing in electrolyte and standard electrochemical method of polishing (electropolish). The studied properties of both processes are: the speed of gloss level growth and its maximal reachable value, the speed of roughness decrease of the polished surface and its minimal reachable value, the speed and uniformity of material removal rate and the influence of depletion state of electrolyte onto these properties. The choice of a suitable electrolyte solution and of the process parameters is also part of publication, all based on analysis of information obtained from published resources. The most extensive part of the thesis is given to the presentation of experimental results, focused onto the study of selected technological properties of the processes of plasma polishing, electrochemical

polishing and their cross-comparison. The results have confirmed the expectation, that the process of plasma polishing in electrolyte reaches better properties than the standard electrochemical process in all evaluated aspects. By propagating the process properties and its advantages, the presented thesis has an ambition to speed up the expansion of this relatively new technology into the industry and such way help to substitute the existing metal-polishing method by a more environmental friendly alternative.

Key words: stainless steel, polishing, electrolyte, plasma, gloss level, surface roughness.

PRÍNOS MONOGRAFIE

- Poznanie závislosti nárastu lesku a závislosti poklesu drsnosti lešteného povrchu od času leštenia v procese plazmového leštenia v elektrolyte.
- Poznanie závislosti nárastu lesku a závislosti poklesu drsnosti lešteného povrchu od času leštenia v procese elektrochemického leštenia pri rôznych hodnotách prúdovej hustoty.
- Výsledky experimentov ukázali, že úroveň lesku a hodnota drsnosti lešteného povrch nie sú priamo od seba závislé veličiny – napr. hodnota lesku môže počas leštenia stúpať bez ohľadu na to či hodnota drsnosti povrchu klesá, alebo stúpa. Platí to nielen pre elektrochemický proces, ale aj pre proces plazmového leštenia v elektrolyte.
- Bol experimentálne overený predpoklad, že vlastnosti procesu plazmového leštenia nie sú ovplyvnené geometrickým usporiadaním katód. V prípade elektrochemického procesu sa potvrdila všeobecne známa skutočnosť, že tento vplyv je markantný.
- Bolo preukázané, že v priebehu plazmového leštenia prebiehajú paralelne dva nezávislé deje: vyhladzovanie výstupkov povrchového reliéfu leštenej plochy a vznik sekundárnej drsnosti spôsobenej selektívnym úberom materiálu na hraniciach zŕn. Podľa toho, ktorý z procesov v danom momente prevláda, drsnosť povrchu buď klesá alebo stúpa.
- Bolo zistené, že pri elektrochemickom leštení v oblasti nelinearity VA charakteristiky, ktorá je podľa viacerých literárnych zdrojov najvhodnejšia na leštenie, existuje viacero limitujúcich faktorov z hľadiska vlastností lešteného povrchu:
  - nie je možné dosiahnuť nízku hodnotu povrchovej drsnosti ani pri dlhodobom leštení;
  - hodnota drsnosti povrchu sa ustáli na pomerne vysokej limitnej hodnote (v prípade použitého elektrolytu je to hodnota Ra ~ 1 μm);
  - naopak, ak má leštený povrch nižšiu hodnotu drsnosti, ako je limitná hodnota, tak už aj pri krátkodobom procese leštenia hodnota povrchovej drsnosti výrazne stúpa;
  - so stúpajúcou hodnotou povrchovej drsnosti klesá aj maximálna dosiahnuteľná hodnota lesku.
- Experimentálne sa zhodnotil vplyv prúdovej hustoty procesu na vybrané vlastnosti elektrochemicky lešteného povrchu:
  - zvyšovaním prúdovej hustoty sa zvyšuje nielen rýchlosť nárastu lesku, ale aj maximálna dosiahnuteľná hodnota;
  - zvyšovaním prúdovej hustoty sa urýchľuje pokles drsnosti povrchu a klesá limitná hodnota drsnosti povrchu;
  - hodnota úberu materiálu z lešteného povrchu je úmerná prúdovej hustote.

ZOZNAM SYMBOLOV, ZNAČIEK A SKRATIEK

α	($W.m^{-2}.K^{-1}$)	koeficient prestupu tepla,
η	(Pa.s)	koeficient dynamickej viskozity,
ρ	($kg.m^{-3}$)	merná hustota,
σ	($S.m^{-1}/C.m^{-2}$)	merná elektrická vodivosť/plošná hustota náboja,
A	(µm)	hodnota úberu – hrúbka odobratej vrstvy materiálu z lešteného povrchu,
A_x	(µm)	hodnota úberu – hrúbka odobratej vrstvy z povrchu lešteného x minút,
Am_x	($mg.dm^{-2}$)	hmotnostný úber – množstvo odobratého kovu z jednotky plochy povrchu lešteného x minút,
vA	($\mu m.min^{-1}$)	rýchlosť úberu – hrúbka odstránenej vrstvy z lešteného povrchu za jednotku času,
vAm	($mg.dm^{-2}.min^{-1}$)	rýchlosť hmotnostného úberu – množstvo odobratého kovu z jednotky plochy povrchu za jednotku času,
dA	(%)	nerovnomernosť úberu (medzi stredom a okrajom vzorky),
E	(kWh)	príkon,
F_t	(N)	trecia sila,
G	(GU)	lesk povrchu (GU),
G_{MAX}	(GU)	maximálna dosiahnutá hodnota lesku povrchu,
G_0	(GU)	východisková hodnota lesku povrchu pred leštením,
G_x	(GU)	hodnota lesku po x minútach leštenia,
ΔG_x	(GU)	nárast lesku po x minútach leštenia (absolútny),
vGa	($GU.min^{-1}$)	rýchlosť nárastu úrovne lesku,
h_0	(mm)	východisková hrúbka vzorky pred leštením,
h_x	(mm)	hrúbky vzorky po x minútach leštenia,
i	($A.dm^{-2}$)	hustota elektrického prúdu na anóde,
I	(A)	elektrický prúd,
m	(g/kg)	hmotnosť,

m_0	(g/kg)	pôvodná hmotnosť vzorky pred leštením,
m_x	(g/kg)	hmotnosť vzorky po x minútach leštenia,
p	(Pa)	tlak plynu,
p	($W.dm^{-2}$)	merný príkon procesu,
q	(C)	elektrický náboj,
R	(Ω)	elektrický odpor,
Ra	(µm)	stredná aritmetická odchýlka profilu,
Ra_{MIN}	(µm)	minimálna hraničná hodnota drsnosti povrchu *Ra*,
Ra_0	(µm)	východisková hodnota drsnosti povrchu *Ra* pred leštením,
Ra_x	(µm)	hodnota drsnosti povrchu *Ra* po x minútach leštenia,
ΔRa_x	(%)	relatívny pokles drsnosti povrchu *Ra* po x minútach leštenia,
vRa	($\%.min^{-1}$)	rýchlosť relatívneho poklesu drsnosti povrchu *Ra*,
t	(min)	čas leštenia,
$t_{G\text{-}MAX}$	(min)	čas leštenia, po ktorom sa dosahuje maximálnaúroveň lesku leštenej plochy,
U	(V)	elektrické napätie,
U_0	(V)	minimálna hodnota napätia, pri ktorej je ešte proces plazmového leštenia stabilný.

ÚVOD

Použitie antikoróznych ocelí v priemysle je opodstatnené najmä z dôvodu ich koróznej odolnosti. Jej vynikajúca úroveň sa dá dosiahnuť iba v prípade, keď sa výrobný proces ukončí vhodnou finálnou úpravou povrchu výrobku. Spôsobov finálnej úpravy povrchu antikoróznych ocelí je viacero. K pomerne rozšíreným patria mechanické spôsoby úpravy povrchu, ktoré však nie vždy vyhovujú požiadavkám, najmä z hľadiska koróznej odolnosti. Preto sa po mechanickej úprave povrchu často zaraďuje do výrobného procesu ešte operácia dodatočnej chemickej alebo elektrochemickej pasivácie. Ani takto upravený povrch však ešte nemusí spĺňať požiadavky na ne kladené či už z hľadiska funkčného, alebo dekoratívneho. Častou požiadavkou pri výrobkoch z antikoróznej ocele je leštenie povrchu, pri ktorom sa vyhladzujú drobné nerovnosti povrchu, zvyšuje sa odrazivosť povrchu pre svetelné lúče, teda zvyšuje sa jeho lesk, a v neposlednom rade sa zvyšuje aj jeho korózna odolnosť. Výrobky určené pre potravinársky, farmaceutický a chemický priemysel, ďalej výrobky pre zdravotníctvo, chirurgické nástroje, umelé vnútrotelové implantáty, to je niekoľko typických príkladov, kde sa striktne vyžaduje leštený povrch antikoróznych ocelí. Dôvodom vo väčšine týchto prípadov je okrem zvýšenia koróznej odolnosti zvýšenie odolnosti povrchu voči kontaminácii mikroorganizmami, ktoré tak majú menšiu príležitosť uchytiť sa na hladkom leštenom povrchu.

Existuje viacero možností leštenia kovového povrchu. Mechanické spôsoby leštenia sú založené na princípe podobnom ako brúsenie s tým, že sa používajú abrazívne častice menších rozmerov, obvykle oblého tvaru miesto ostrohranného. Rozmernejšie plochy sú leštené pomocou leštiacich kotúčov s využitím leštiacich pást. Nevýhodou je, že bez ťažkostí je možné leštiť len plochy rovinné a rotačné. Drobné výrobky sa leštia hromadne v otáčajúcich sa omieľacích bubnoch, kde sa trením ich povrch vyhladzuje a leští. Nevýhodou leštenia omieľaním je zvýšený úber na hranách a rohoch. Sprievodným javom pri všetkých mechanických spôsoboch leštenia je silový účinok na leštený povrch, dochádza pri ňom k deformáciám povrchovej vrstvy materiálu, k vzniku napätí, mikrotrhlín a ďalších povrchových chýb materiálu. Povrch je často kontaminovaný nečistotami a zvyškami leštiacich pást. Takýto deformačne spevnený povrch sa v literatúre označuje ako Beilbyho vrstva (B-vrstva) a má výrazne horšiu koróznu odolnosť než povrch upravený chemickým alebo elektrochemickým spôsobom (1).

Všetky uvedené nedostatky mechanicky lešteného povrchu odstraňuje elektrochemický spôsob leštenia, ktorý sa v technickej praxi označuje aj ako elektrolytické leštenie alebo galvanické leštenie. Významnou prednosťou elektrochemického leštenia z hľadiska jeho

aplikačného využitia je, že leštenie nie je obmedzené na jednoduché rovinné a rotačné plochy, ale je možné upravovať aj povrch zložitých a tvarovo členitých výrobkov. Elektrochemický proces pôsobí na leštený povrch bez silového účinku, preto umožňuje odstrániť z povrchu defektnú, deformačne spevnenú vrstvu materiálu, čím sa z povrchu kovu odstránia aj všetky nečistoty a cudzie častice vrátane chemicky neviazaných atómov železa, ktoré pôsobia na povrchu antikoróznej ocele ako zárodky možnej korózie. Takýmto spôsobom nastáva pri elektrochemickom leštení antikoróznych ocelí výrazný nárast koróznej odolnosti, navyše pri ňom dochádza k výraznému zosvetľovaniu povrchu (nárastu lesku) a k poklesu povrchovej drsnosti. Elektrochemické leštenie sa v priemyselnej výrobe používa od polovice minulého storočia . V nedávnej minulosti bola vyvinutá alternatívna metóda – leštenie plazmovým výbojom v elektrolyte, ktorá je zatiaľ v technickej praxi relatívne málo známa a málo rozšírená. Technológia plazmového leštenia v elektrolyte umožňuje nahradiť vysoko koncentrované pracovné roztoky na báze žieravých a agresívnych chemikálií, využívaných pri elektrochemickom leštení ekologicky a hygienicky výhodnejšími nízkokoncentrovanými roztokmi chemicky neutrálnych solí. Doterajšie poznatky a skúsenosti ukazujú, že táto ekologicky výhodnejšia alternatíva elektrochemického leštenia vyniká aj viacerými technologickými vlastnosťami. Vzájomné porovnanie vybraných technologických vlastností procesu plazmového leštenia v elektrolyte a procesu elektrochemického leštenia je cieľom predloženej práce. Výsledky experimentálnych prác umožnia exaktne stanoviť a porovnať technologické možnosti oboch metód, určiť ich vzájomné prednosti, nedostatky a obmedzenia, umožnia definovať aplikačné oblasti, v ktorých je nasadenie tej-ktorej metódy leštenia výhodnejšie či už z technologického, alebo ekonomického hľadiska. Je možné predpokladať, že publikované výsledky, získané v rámci riešenia práce prispejú k urýchleniu nasadenia tejto technológie do priemyselnej výroby a postupnému nahradeniu existujúceho spôsobu elektrochemického leštenia ekologicky výhodnejšou alternatívou (2, 3, 5, 7).

1 FINÁLNE ÚPRAVY KOVOVÝCH POVRCHOV

Na úpravu povrchu, jeho zjednotenie, homogenitu, odstránenie zafarbenia, nečistôt, okují, obnovenie odolnosti voči korózii, znižovanie drsnosti, leštenie, atď. existuje celý rad metód. Z mechanickým metód sú to najmä brúsenie, kefovanie, omieľanie, otryskávanie alebo mechanické leštenie. Medzi chemické metódy patrí morenie s dodatočnou pasiváciou po morení a chemické leštenie. Existujú však aj ďalšie dve skupiny metód finálnych úprav povrchu, ktorým sa z hľadiska zamerania práce budeme venovať podrobnejšie. Jednou z nich sú elektrochemické metódy, kde sa zaraďuje najmä elektrochemické leštenie, ktoré je založené na anódovom rozpúšťaní kovového povrchu. Do tejto skupiny patrí aj galvanické pokovovanie, galvanoplastika, eloxovanie hliníka. Ďalšou skupinou metód úpravy povrchu sú elektrolyticko-plazmové technológie. Pri voľbe spôsobu finálnej úpravy povrchu sa vychádza z tvaru a veľkosti daného predmetu, z druhu znečistenia povrchu a z požadovanej kvality povrchovej úpravy predmetu (6, 8, 9, 10, 11, 12).

Elektrochemické metódy

Elektrochemické metódy úpravy povrchov patria dnes už k tradičným dokončovacím metódam. Z hľadiska využitia môže podľa pracovných podmienok dochádzať k elektrochemickému nanášaniu (galvanické pokovovanie) alebo úberu materiálu. Princíp elektrochemického úberu materiálu sa používa na elektrochemické hĺbenie tvarov a otvorov, elektrochemické delenie materiálov, elektrochemické odstraňovanie ostrapov, elektrochemické leštenie, elektrochemické označovanie (značkovanie). Prvé tri metódy sú označované za elektrochemické obrábanie s núteným odstraňovaním produktov elektrochemickej reakcie alebo tiež obrábanie prúdiacim elektrolytom. Ostatné dva procesy patria k povrchovému elektrochemickému obrábaniu bez odstraňovania produktov reakcie počas procesu (9, 22, 23, 24).

Elektrolyticko-plazmové technológie

Elektrolyticko-plazmové technológie možno považovať za netradičný spôsob povrchových úprav. Aplikačné možnosti sú prezentované na obr. 1.1 a patrí k nim aj plazmové leštenie v elektrolyte a je alternatívou ku klasickému elektrochemickému lešteniu. Voči nemu má niekoľko výhod, ku ktorým patria najmä ekologické a hygienické aspekty, pretože pracovné elektrolyty pri plazmovom leštení sú tvorené nízko koncentrovanými vodnými roztokmi solí. Typickým znakom elektrolyticko-plazmového procesu je vznik tenkej ionizovanej vrstvy

vodnej pary a plynov na leštenom povrchu. Proces môže prebiehať v dvoch režimoch – anódovom a katódovom. Podstatná časť výskumu tejto technológie je venovaná práve anódovému režimu, v ktorom je aktívna elektróda (resp. upravovaný predmet) pripojená na kladný pól zdroja elektrického napätia. Elektrolyticko-plazmové technológie sú dynamicky sa rozvíjajúcim odvetvím, ktoré v technickej praxi nachádzajú uplatnenie napr. v podobe povlakovania kovových povrchov, ich tepelného spracovania, čistenia a už spomínaného leštenia (13, 25, 26, 27, 28, 29, 30).

Obr. 1.1 *Aplikačné možnosti elektrolyticko-plazmových technológií (31)*

1.1 Elektrochemické leštenie

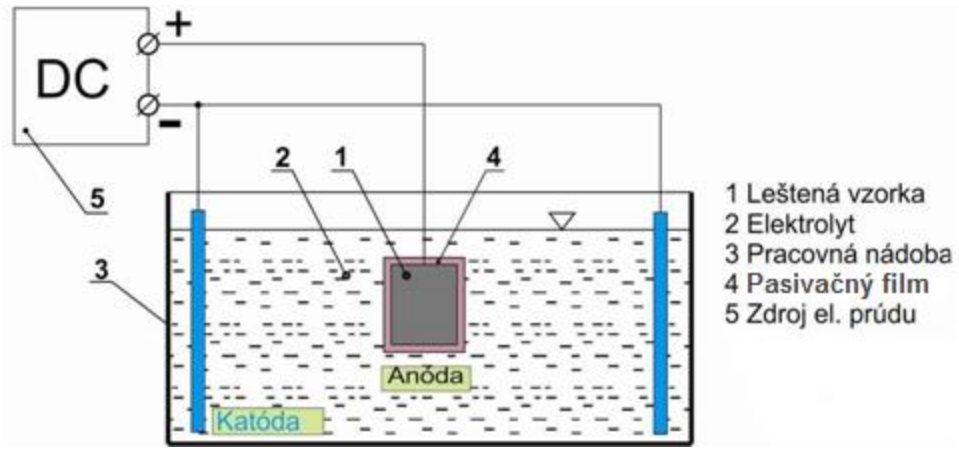
1.1.1 História elektrochemického leštenia

Vznik elektrochémie sa z historického hľadiska viaže na rok 1790, kedy sa Talian L. Galvani pričinil o objavenie elektrického prúdu. Neskoršie zostrojil A. Volta prvý zdroj elektrického prúdu – galvanický článok. Prvé základné zákony elektrolýzy, spolu so stanovením pojmov ako elektróda, elektrolyt, anóda a katóda definoval M. Faraday v roku 1823. Až takmer o 80 rokov neskôr v roku 1910 patentoval E. Spitalsky v Nemecku elektrochemické leštenie striebra v kyanidovom roztoku (2). Potom v roku 1930 bol udelený francúzky patent na elektrochemické leštenie niklu, medi, molybdénu a hliníka, ktorý bol vyvinutý H. Figourom a A. P. Jacquetom (3). Prekvapujúco ich objav zostal nepovšimnutý, aj keď práve títo autori v ňom položili podstatné základy pre budúci rozvoj tejto technológie. Výraznejší pokrok v tejto technológii nastal v roku 1935, kedy P. A. Jacquet publikoval leštenie medi v roztoku kyseliny sírovej prostredníctvom pôsobenia anódického

prúdu (2). Následne boli Ch. Faustom v roku 1936 a 1937 objavené roztoky na leštenie antikoróznej ocele a ďalších materiálov. Rozsiahly výskum tejto technológie nastal počas 2. svetovej vojny, keď sa vývoj a výhody tejto technológie zameriavali na potreby armády. Len v období medzi rokmi 1940 a 1955 bolo registrované veľké množstvo patentov, ktoré túto technológiu urobili veľmi efektívnou a výhodnou pri finálnej úprave širokej škály materiálov. V súčasnosti ju možno považovať už za klasickú dokončovaciu metódu úpravy kovových povrchov (9, 38, 39).

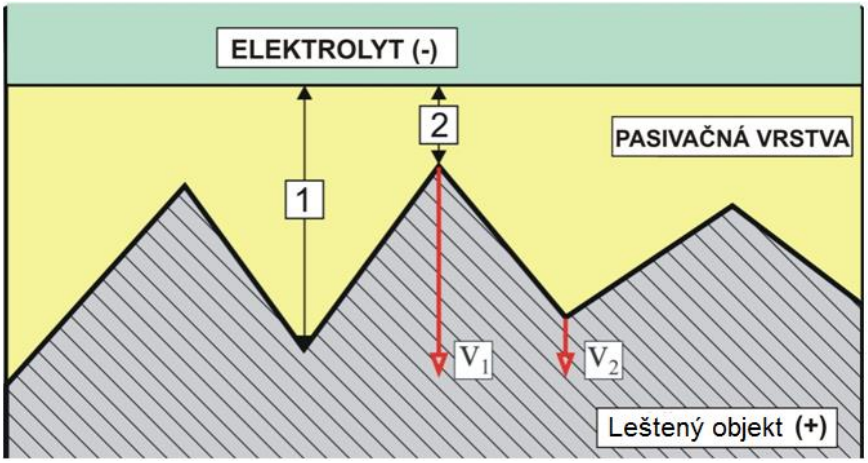
1.1.2 Charakteristika elektrochemického leštenia a mechanizmus vyhladenia povrchu

Proces elektrochemického leštenia je tradičnou dokončovacou úpravou povrchu kovov. Jeho výsledkom je povrch s vysokou akosťou, v ktorom dochádza k nárastu povrchového lesku, koróznej odolnosti a k poklesu povrchovej drsnosti. K procesu leštenia dochádza elektrochemickým odoberaním kovu z povrchu základného materiálu. Leštený materiál je ponorený do elektrolytu, pripojený na kladný pól zdroja a tvorí anódu. Katóda je väčšinou z antikoróznej ocele a môže byť tvorená samotnou vodivou vaňou alebo je do roztoku vložená vo forme katódových plechov (obr. 1.2). Na leštenom predmete sa vytvorí anódový film (pasivačný film), tvorený splodinami reakcie elektrolytu s materiálom lešteného povrchu, ktorý má vyššiu viskozitu, vyššiu špecifickú hmotnosť a vyšší elektrický odpor. Preto pokrýva najmä nižšie vrcholy, resp. údolia povrchového reliéfu. Nad výčnelkami povrchového reliéfu je vrstva pasivačného filmu (obr. 1.3 - rozmer 2). Tenký pasivačný film tým kladie menší odpor prechádzajúcemu prúdu, nad výčnelkami povrchového reliéfu sa tak koncentruje väčší náboj a rýchlosť anódového rozpúšťania v_1 je nad výčnelkami vyššia ako rýchlosť rozpúšťania v_2 nad údoliami reliéfu (2, 3, 4).



Obr. 1.2 *Principiálna schéma elektrochemického leštenia*

Kovové ióny nachádzajúce sa v roztoku na hranici s pasivačným filmom budú osmózou migrovať do celého objemu roztoku. Táto strata iónov spôsobí zníženie koncentrácie iónov na povrchu pasivačného filmu. Vonkajšok pasivačného filmu, kde je jeho hrúbka najtenšia, sa stáva viac aktívny ako vnútrajšok tejto vrstvy. To vytvára podmienky na odstránenie kovu v časti pasivačného filmu, kde je vyššia koncentrácia náboja, teda ďalej od lešteného povrchu obrobku. Počas leštenia sa prirodzene na vonkajšej strane pasivačného filmu nachádzajúceho sa na anóde vytvára kyslík a materiál sa z elektródy (anódy) odstraňuje iónovým účinkom anódového rozpúšťania. Odoberané ióny lešteného materiálu prechádzajú do elektrolytu. Kyslík je tvorený ako plyn vo forme bubliniek, ktoré odchádzajú do objemu elektrolytu v smere pozdĺž anódového filmu. Vďaka tomuto sa vyššie oblasti mikropovrchu rozpúšťajú rýchlejšie ako nižšie oblasti povrchového reliéfu, ktoré sú pre bublinky kyslíka neprístupné. Naopak pri prechode prúdu obvodom sa na katóde vytvárajú bublinky vodíka a elektróda sa nerozpúšťa. Množstvo odoberaného kovu je úmerné intenzite prechádzajúceho prúdu, teplote elektrolytu, dobe leštenia, zloženiu a účinnosti elektrolytu. Použitá vysoká leštiaca prúdová hustota je podmienkou pre úspešné leštenie, lebo pri nízkej podkritickej prúdovej hustote sa kovový materiál iba rozpúšťa bez nárastu lesku (4, 15, 40). Ak je aplikovaná vysoká prúdová hustota, dochádza k intenzívnejšej tvorbe bublín, ktorých pôsobenie však môže na povrchu zanechať jamky mikroskopických rozmerov, tzv. pitingy (3, 41).

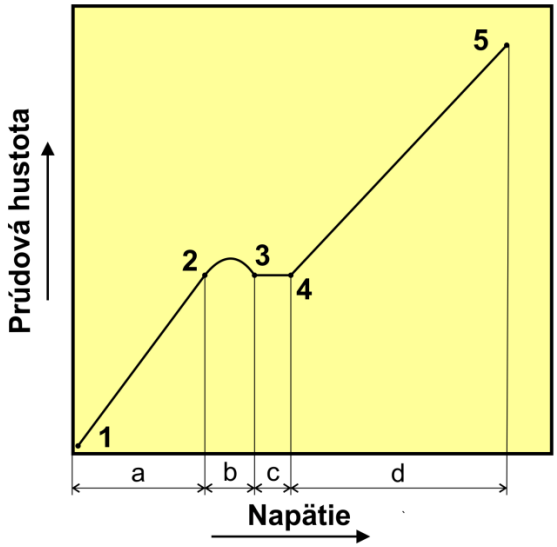


Obr. 1.3 *Mechanizmus vyhladenia povrchu pri elektrochemickom leštení*

1.1.3 Typická voltampérová charakteristika elektrochemického leštenia

Typická voltampérová charakteristiku procesu elektrochemického leštenia je na obr. 1.4, kde je rozdelená do niekoľkých častí. V oblasti *a* nastáva leptanie kovového povrchu bez zvyšovania lesku. Pri zvýšení napätia nad hodnotu danú bodom 2 sa v oblasti *b* môže začať na anóde formovať pasivačný film (oxidický film). V oblasti *c*, ktorá sa tiež nazýva

plochá oblasť charakteristiky alebo oblasť nelinearity, už prebieha elektrochemický efekt leštenia povrchu. V tejto oblasti so zvyšovaním napätia nedochádza k zmene prúdovej hustoty. Práve táto oblasť napätia sa odporúča na elektrochemické leštenie kovových povrchov (2). Ale autori prác (3, 41) na základe praktických skúseností uvádzajú, že je pri leštení vhodnejšie použiť mierne vyššie napätie než zodpovedá oblasti *c*.



Obr. 1.4 *Voltampérová charakteristika procesu elektrochemického leštenia (41)*

1.1.4 Zmeny vlastností povrchu pri elektrochemickom leštení

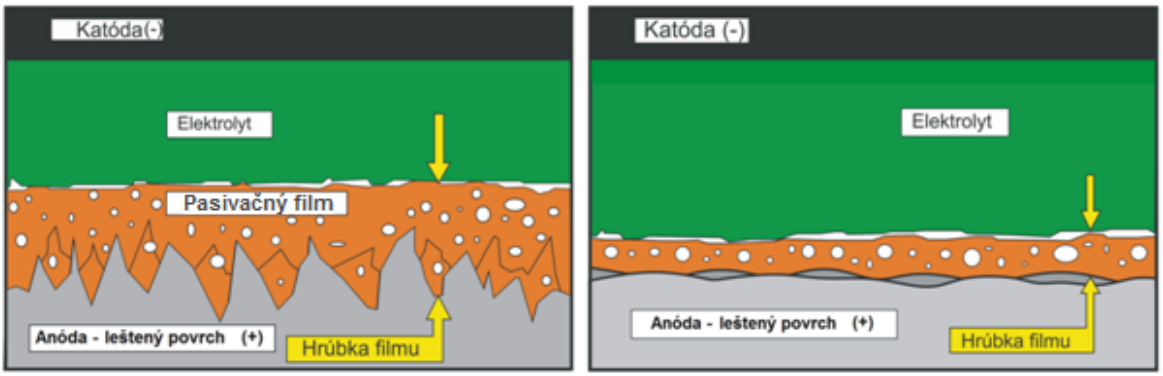
1.1.4.1 Lesk

Ako tomu aj názov napovedá, pri elektrochemickom leštení nastáva zosvetľovanie – leštenie povrchu kovu. Leštenie môže prebiehať iba za podmienok, v ktorých je intenzita anódového rozpúšťania riadená a kde nastáva tvorba kompaktnej vrstvy vylučovaných solí na leštenom povrchu oxidického filmu. Toto môže byť vykonané iba za podmienok, v ktorých je anódové rozpúšťanie hromadne riadené a kde je možné vytvorenie oxidickej vrstvy (vyzrážanie vrstvy soli) na leštenom povrchu. Oxidický film s náhodným rozložením pórov (časovou aj miestnou) vtedy zrejme zamedzuje selektívnemu rozpúšťaniu jednotlivých kryštálových plôch (jamkové rozpúšťanie), ktoré nevedie k lesklému povrchu. Leštenie sa začína od určitého napätia, t. j. až po vytvorení oxidickej vrstvy, kedy dochádza k vyrovnávaniu nerovností povrchu – poklesu drsnosti. Potom poklesne prúdová hustota zaznamenaná na voltampérovej charakteristike za tvorby porézneho oxidu pod vrstvou solí a v tomto okamžiku sa začína leštenie (4, 23). Elektrochemické leštenie odstraňuje materiál z povrchu selektívne. Napr. uhlík sa z povrchu odstraňuje pomerne ťažko, pretože je elektrochemicky

neutrálny. Preto oceľový povrch s vyšším obsahom uhlíka po elektrochemickom leštení sčernie bez nárastu lesku, avšak dochádza k poklesu drsnosti a k úberu materiálu.

1.1.4.2 Drsnosť a úber materiálu

Postupným leštením sa povrch stáva na mikroskopickej úrovni hladším. Odstraňovaním mikroskopických výstupkov sa stenčuje aj anódický film. Jeho hrúbka sa ustáli a dochádza k odoberaniu materiálu po celej ploche predmetu (obr. 1.5). Pracovné parametre je nutné nastaviť tak, aby úbytok materiálu bol primeraný a nedochádzalo k porušeniu rozmerových tolerancií. Aby bol úber materiálu pravidelný, vzdialenosť medzi elektródami sa volí 5 mm až 200 mm a je závislý od tvaru leštených predmetov. Pri leštení dutín sa musia použiť pomocné katódy, ktoré kopírujú vnútorný tvar predmetov, pričom ich návrh z hľadiska tvaru a veľkosti medzery medzi katódou a lešteným predmetom výrazne ovplyvňuje kvalitu lešteného povrchu (4, 41, 42).



Obr. 1.5 *Schéma poklesu drsnosti a úberu materiálu pri elektrochemickom leštení (16)*

1.1.4.3 Korózna odolnosť

Väčšina povrchovo neupravených materiálov (napr. leštením) má na svojom povrchu nečistoty a poškodené vrstvy, ktoré môžu pôsobiť ako zárodky pre vznik korózie. Tá sa môže ďalej šíriť aj do nepoškodených vrstiev. Elektrochemické leštenie umožňuje tieto nečistoty a poškodené vrstvy odstrániť, čím dáva lešteným objektom vynikajúce antikorózne, ale aj vzhľadové vlastnosti. Pri elektrochemickom leštení antikoróznej ocele sa z povrchu prednostne odstraňuje železo a povrch sa obohacuje o chróm a nikel. Veľké množstvo chrómu potom reaguje s kyslíkom a počas procesu leštenia vytvára oxidy chrómu. Práve oxidy chrómu dávajú vyleštenym predmetom ešte lepšie antikorózne vlastnosti, ktoré sú oproti bežnému nelešteném povrchu zvýšené 15 až 20 násobne (43, 44). Korózna odolnosť bude zvýšená aj odstránením kontaminácií, ktoré boli do povrchu vnesené počas jeho výrobného procesu. Kontaminácie môžu byť tvorené zadretými čiastočkami kovu (voľné atómy železa) z nástrojov pri predchádzajúcom obrábaní a spracovaní (4, 42) .

1.1.5 Vplyv zloženia lešteného materiálu na vlastnosti povrchu

Chemické zloženie lešteného materiálu vplýva na výsledné vlastnosti lešteného povrchu, a preto nemôžeme všetky materiály považovať za leštiteľné. Konkrétne zloženie lešteného materiálu si vyžaduje správnu voľbu elektrolytu, pretože rôzne kovy a jednotlivé komponenty zliatin majú rôznu chemickú aktivitu a ich schopnosť pasivácie závisí od zloženia elektrolytu, selektívnej rozpúšťacej schopnosti elektrolytu a stupňa jeho chemickej aktivity voči materiálu lešteného objektu (22).

Podľa Faradayovho zákona určuje elektrochemický ekvivalent každého kovu, spolu s prúdovou hustotou a účinnosťou anódového rozpúšťania, celkový úber materiálu pri elektrolýze. Podobne ako pri chemickom leštení, mikroštruktúra materiálu má vplyv na výslednú kvalitu povrchu, posudzovanú z hľadiska drsnosti povrchu. Aj keď táto oblasť nie je dostatočne preskúmaná a je založená viac na skúsenostiach z oblasti elektrochemického leštenia, autori prác (22, 46) uvádzajú, že na vznik drsnosti vplýva veľkosť zrna materiálu, nerozpustné vtrúseniny v materiáli, zmena zloženia materiálu vplyvom tepelného spracovania a iné.

Mechanické vlastnosti materiálov ako tvrdosť, húževnatosť nemajú výrazný vplyv na úpravu elektrochemickými metódami. Naopak, elektrochemické úpravy (aj leštenie) sa s výhodou používajú prednostne pre tvrdé a tvrdené materiály (kalené ocele). Praktické skúsenosti poukazujú na skutočnosť, že napriek vyššie uvedenému, tvrdosť povrchovej vrstvy zakaleného materiálu spomaľuje rýchlosť úberu (46). Pri úprave materiálov s obsahom uhlíka vzniká problém s jeho usadzovaním na anóde. Vylúčený uhlík je silne adhézny, tvorí povlak na anóde, a tým spôsobuje nerovnomerný uber a zhoršenie drsnosti povrchu. Na usadzovanie uhlíka nemá vplyv jeho množstvo, ale forma, v akej sa v materiáli nachádza. Ako sa uvádza v (47), za rovnakých pracovných podmienok má oceľ triedy 11 600 s obsahom 0,43 % C väčšie množstvo usadeného uhlíka než oceľ triedy 14 100 s obsahom 0,9 % C. Pri oceliach triedy 19 a pri cementačnej oceli je vrstva usadeného uhlíka značná. Rovnako usadzovanie uhlíka pri leštení sivej liatiny je také veľké, že sa nedá takmer vôbec elektrochemicky upravovať. Pri elektrochemickom leštení akejkoľvek zliatiny je potrebné brať na zreteľ, že každá zložka základného materiálu má svoj špecifický úber, a to sa s výhodou pri leštení využíva. Vďaka tejto skutočnosti sa povrch obohacuje o niektoré zložky, čo vedie k zlepšeniu vlastností lešteného povrchu, ako je lesk alebo korózna odolnosť. Pri elektrochemickom leštení sa prejavujú všetky chyby materiálu a taktiež predchádzajúca história spracovania (napr. vlákno po ťahaní, stopy po kovaní) (22).

1.1.6 Špeciálne spôsoby elektrochemického leštenia

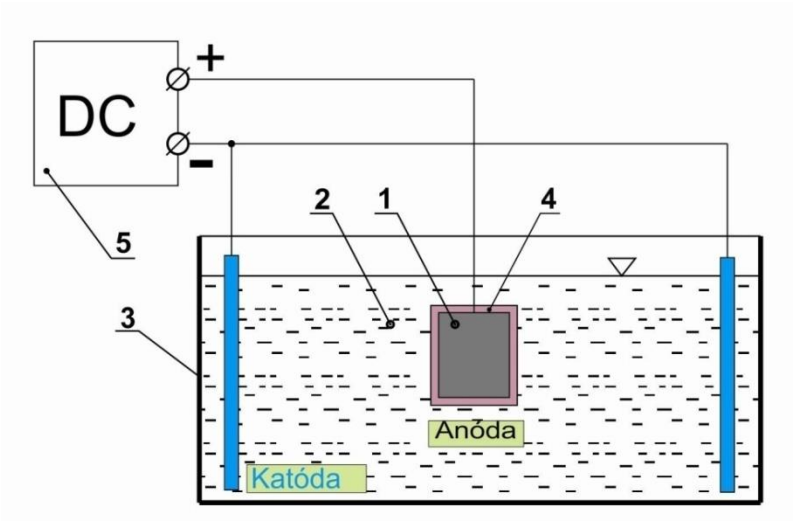
V priemyselnej praxi boli vyvíjané metódy úpravy povrchu, ktoré sú principiálne založené na elektrochemickom leštení, resp. kombinácii s iným spôsobom povrchovej úpravy. Ich snahou je optimalizovať proces a dosahovať lepšie výsledky. Niekedy si ich použitie vyžaduje povaha lešteného predmetu, najmä keď ide o leštenie materiálov so špecifickými vlastnosťami, ako sú zvýšená tvrdosť a krehkosť, požiadavky na vyššiu koróznu odolnosť, biokompatibilitu, atď. K špeciálnym spôsobom elektrochemického leštenia môžu patriť: elektrochemické leštenie v magnetickom poli, elektrochemicko-mechanické leštenie, príprava tenkých kovových fólií elektrochemickým stenčovaním, pulzné a ultrazvukové leštenie a iné (21, 48-54, 63, 66).

1.2 Plazmové leštenie v elektrolyte

Elektrolyticko-plazmový proces využíva zvláštnosti prechodu elektrického prúdu vysokej hustoty cez rozhranie kov – elektrolyt. Tieto zvláštnosti, ktorými sa elektrolyticko-plazmový proces líši od klasického elektrochemického procesu, boli známe už v 19. storočí (55). Praktické uplatnenie však našli až v polovici minulého storočia, keď sa proces začal využívať na ohrev kovov a ich zliatin v elektrolyte (56, 57). Možnosť využitia elektrolyticko-plazmového procesu na leštenie kovového povrchu bola objavená v bývalej NDR v polovici 80-tych rokov minulého storočia (30).

1.2.1 Charakteristika procesu a vznik paroplazmovej obálky

Základná schéma procesu je zobrazená na obr. 1.6. Do pracovnej nádoby (3) s elektrolytom (2) je ponorený leštený predmet (1), ktorý je pripojený na kladný pól zdroja elektrického prúdu (5). Základná schéma plazmového leštenia sa na prvý pohľad nelíši od schémy používanej pri elektrochemických procesoch. Vďaka odlišným parametrom procesu sa na povrchu lešteného predmetu tvorí ionizovaná vrstva pár a plynov, nazývaná paroplazmová obálka (4), čím sa stáva kvalitatívne a kvantitatívne odlišným od bežných elektrochemických procesov.



Obr. 1.6 *Základná schéma plazmového leštenia v elektrolyte (36)*

Plazmový proces sa ako technológia môže uplatňovať vo viacerých oblastiach, z ktorých jednou je leštenie kovových povrchov. Technológiu plazmového leštenia v elektrolyte možno považovať za netradičný dokončovací spôsob úpravy povrchov, resp. za alternatívu ku klasickému chemickému alebo k elektrochemickému lešteniu. Práve elektrochemické leštenie je stále jedno z najviac používaných finálnych úprav predmetov zložitých tvarov, kde by mechanický spôsob leštenia bol nepoužiteľný (17, 25, 27, 28). Predkladaná práca sa orientuje na plazmové leštenie antikoróznej ocele v elektrolyte. Podľa (13, 20, 29, 58, 59), je však proces možné použiť aj na leštenie titánu, hliníka, nízkouhlíkovej ocele, medi a ich zliatin, atď.

Technológia plazmového leštenia v elektrolyte je založená na fyzikálnych javoch, ktoré vznikajú v elektrolyte na povrchu lešteného predmetu (nazývaného tiež aktívna elektróda) po jeho pripojení na kladný pól zdroja jednosmerného napätia. Nad povrchom lešteného predmetu sa vytvára tenká ionizovaná vrstva pár a plynov – paroplazmová obálka. Pre jej stabilnú tvorbu musia byť zabezpečené určité podmienky (10, 59).

Prvou z podmienok pre vznik procesu plazmového leštenia je napätie medzi elektródami. Ak je toto dostatočne vysoké (rádovo 100-vky V), tak na rozhraní leštený kov a elektrolyt začínajú prebiehať deje, ktoré vedú k tvorbe a ionizácii tenkej vrstvy pár a plynov na povrchu aktívnej elektródy.

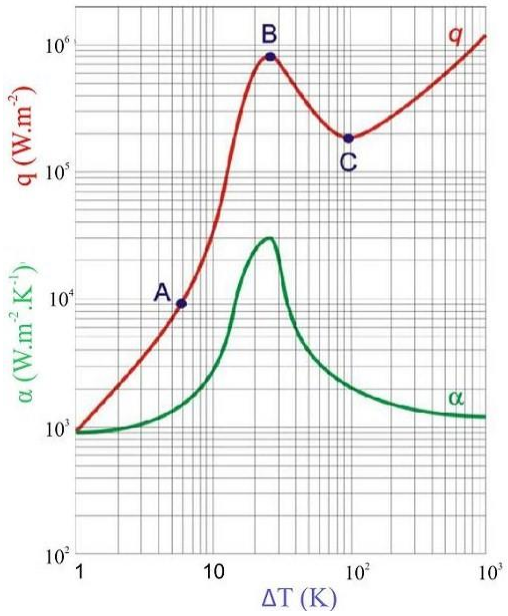
Druhá podmienka pre vznik plazmového procesu musí zabezpečovať, aby aktívna elektróda mala podstatne menší povrch než pomocná elektróda. Vtedy nastane narušenie lineárneho vzťahu medzi intenzitou elektrického poľa a hustotou elektrického prúdu daného Ohmovým zákonom pre elektrolyty vyjadrujúcim že hustota elektrického prúdu i v elektrolyte je úmerná intenzite elektrického poľa E, ktoré elektrický prúd vyvoláva:

$$i = \sigma E \ .$$

Pohyblivosť iónov je v tomto prípade konštantná (35). Keďže plocha anódy (aktívnej elektródy) je menšia, prúdová hustota na anóde narastá. V jej okolí preto klesá pohyblivosť iónov, ktoré sú brzdené iónmi opačného znamienka. Elektrická vodivosť v elektrolyte je iónová a brzdením pohybu iónov sa táto vodivosť zmenšuje. Ďalším zvyšovaním napätia medzi elektródami sa zvyšuje aj intenzita elektrického poľa, brzdenie iónov opäť narastá a naďalej klesá vodivosť elektrolytu v okolí anódy. Následkom toho vzniká v okolí anódy potenciálový spád, čo vedie k uvoľňovaniu tepla na tejto vrstve elektrolytu v dôsledku Joulovho tepla.

Uvoľnené teplo značne ohrieva elektrolyt nad povrchom aktívnej elektródy a dochádza k vzniku pary. Zvyšovaním napätia medzi elektródami je proces ešte viac intenzívny. Počet plynových bubliniek narastá, plocha, cez ktorú preteká prúd sa v dôsledku toho zmenšuje a prúdová hustota sa zvyšuje. Na obr. 1.7 je symbolom B označený bod, kedy var elektrolytu dosiahne najvyššiu intenzitu a bublinky pary sa zlievajú do blany. V tomto okamžiku je blana ešte nestabilná a trhá sa. Až pri prehriatí elektrolytu, ktorý je daný dobom C, vzniká stabilný blanový var. Prechod od bublinového k blanovému varu závisí od:

- hustoty tepelného toku,
- fyzikálnych vlastností elektrolytu,
- zmáčanlivosti aktívnej elektródy elektrolytom.



Obr. 1.7 *Krivka varu vody (61)*
q – hustota tepelného toku
α – súčiniteľ prestupu tepla

Stabilná a súvislá vrstva pár a plynov okolo lešteného objektu (aktívnej elektródy) zapríčiní prerušenie toku elektrického prúdu obvodom. Pôsobenie gravitácie a vztlakových síl

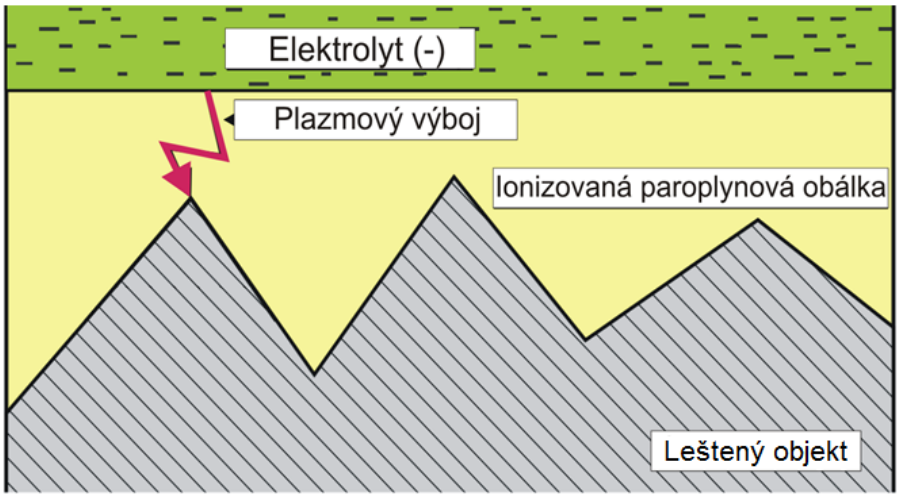
na parnú blanu zapríčiní narušenie jej celistvosti a elektrický obvod je zase obnovený. Celý proces od bublinového varu až po vznik súvislej parnej blany sa môže opakovať. Takéto cyklické prerušovanie a obnovovanie elektrického obvodu sa nazýva komutačný režim. Ďalším zvýšením napätia sa cyklus medzi prerušením a obnovením obvodu skracuje. V prípade, že je medzi elektródami napätie dostatočne vysoké a prekročí hodnotu kritického napätia U_{kr}, tak tok prúdu nezanikne. Je to dané intenzitou elektrického poľa E v prostredí parnej blany, ktorá po dosiahnutí určitej kritickej hodnoty spôsobuje ionizáciu parnej blany, čím sa plynné prostredie stáva elektricky vodivým. Elektrický prúd prechádza cez ionizované prostredie parnej blany formou výboja, pričom jeho intenzita podstatne klesne v porovnaní s hodnotou pred vznikom parnej blany. Ionizovanú parnú blanu budeme označovať ako paroplazmovú obálku, pretože v jej prostredí sa nachádzajú ióny, elektróny a neutrálne molekuly, a teda plazma (čiastočne ionizovaná plazma) (62).

1.2.2 Mechanizmus vyhladenia povrchu

Pri leštení plazmovým výbojom v elektrolyte dochádza k vyhladeniu povrchu spôsobom prechodu elektrického prúdu cez paroplazmovú obálku. V podstate ide o elektrofyzikálny proces, keď plazmové výboje pôsobia na mikrovýstupkoch povrchového reliéfu. Elektrochemické procesy sa považujú za menej významné, ale empiricky bolo zistené, že zloženie elektrolytu výrazne ovplyvňuje kvalitu leštenia a úzko súvisí aj s chemickým zložením kovu. Preto si každý kov pre dosiahnutie dobrých výsledkov vyžaduje použitie odlišného elektrolytu (13).

Časť povrchového reliéfu, nad ktorou je najtenšia hrúbka paroplazmovej obálky (vzdialenosť medzi povrchom lešteného predmetu a stenou elektrolytu) pôsobí ako koncentrátor napätia a je na nej najvyššia intenzita elektrického poľa (mikrovýstupok povrchového reliéfu). Vodivostný kanál (resp. plazmový výboj) sa ionizáciou prostredia vytvorí práve na tomto mieste (obr. 1.8). Pôsobením magnetického poľa vybudeného pretekajúcim elektrickým prúdom sa nosiče náboja koncentrujú do stredu ionizačného kanála, čím sa jeho priemer minimalizuje. Pri prechode prúdu cez paroplazmovú obálku pri tomto procese dopadajú elektróny na leštený povrch (anódu) a ich kinetická energia sa po dopade mení na teplo. Vzniknuté teplo odparí z povrchového reliéfu časť kovu. Vzdialenosť medzi lešteným predmetom a stenou elektrolytu narastie, a tým sa redukuje aj polomer krivosti povrchu, teda klesá drsnosť. Ionizačný kanálik (plazmový výboj) sa vtedy presúva na výhodnejšiu lokalitu, kde je vyššia intenzita elektrického poľa. Týmto mechanizmom sú odparené z povrchu prednostne najvyššie časti povrchového reliéfu a nastáva pokles drsnosti

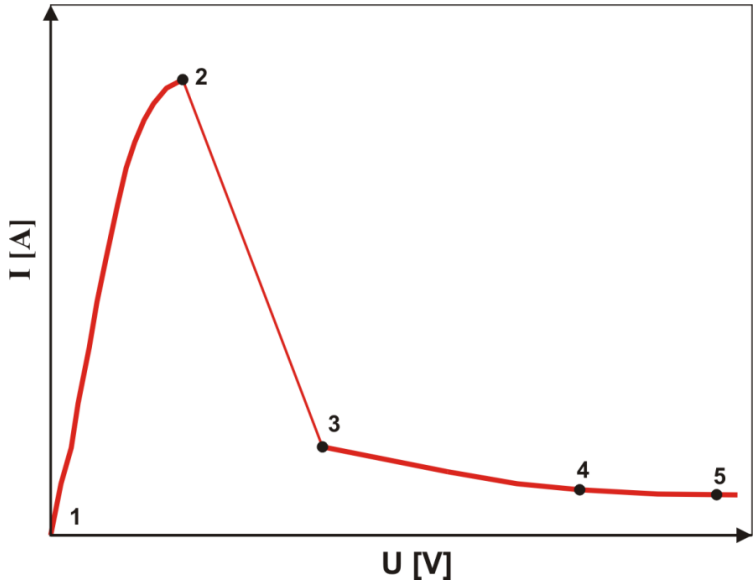
povrchu. Avšak k prehrievaniu povrchu nedochádza, pretože jednotlivé výčnelky povrchu sú tepelne exponované len veľmi krátku dobu a potom je už odparené miesto v styku s chladnejším prostredím paroplazmovej obálky. Odparený kov oxiduje a prechádza do elektrolytu vo forme kalu (13, 17).



Obr. 1.8 *Princíp vyhladenia povrchu pri plazmovom leštení*

1.2.3 Typická voltampérová charakteristika procesu

Na obrázku 1.9 je zobrazená voltampérová charakteristika anódového procesu, ktorý sa využíva aj na leštenie. V oblasti medzi bodmi 1-2 prebieha klasická elektrolýza podľa Faradayových zákonov. V úseku medzi bodmi 2-3 cyklicky vzniká a zaniká vrstva pár a plynov okolo aktívnej elektródy, čo prerušuje elektrický prúd pretekajúci obvodom (komutačný režim). V oblasti medzi bodmi 3-5 je už povrch aktívnej elektródy pokrytý tenkou, stabilnou ionizovanou vrstvičkou pár a plynov – paroplazmovou obálkou. Oblasť za bodom 3 má klesajúci charakter zodpovedajúci zápornému dynamickému odporu elektrolytického obvodu. Pokles elektrického prúdu je možné vysvetliť nárastom hrúbky paroplazmovej obálky v dôsledku rastu intenzity vývinu pary a následným pretlakom. Prekročením bodu 3 sa povrch aktívnej elektródy začína ohrievať a jej povrch môže dosiahnuť až teplotu tavenia daného materiálu. Táto oblasť, nazývaná režim ohrevu, sa využíva na ohrev kovových predmetov v elektrolyte za účelom ich tepelného a chemicko-tepelného spracovania. Medzi bodmi 4-5 nastáva fáza elektrohydrodynamického režimu. Prúdová hustota sa naďalej znižuje a klesá aj teplota elektrolytu na hodnotu 100 až 150 °C (10).

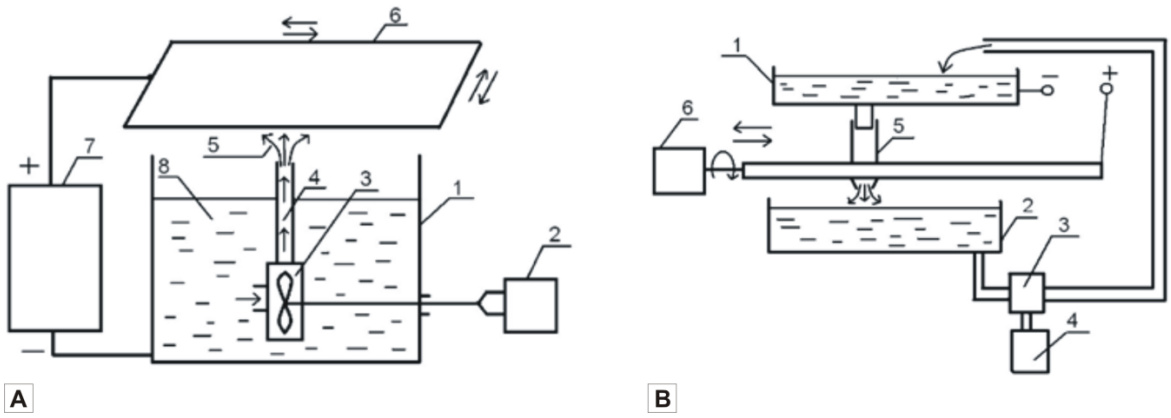


Obr. 1.9 *Voltampérová charakteristika plazmového leštenia v elektrolyte*

1.2.4 Technologické zariadenia na plazmové leštenie v elektrolyte

Tradičná koncepcia zariadenia na plazmové leštenie v elektrolyte využíva mechanické ponáranie alebo postupné zaplavovanie lešteného predmetu elektrolytom. Toto riešenie so sebou prináša isté obmedzenia, spájajúce sa s nemožnosťou leštiť objekty s veľkými rozmermi alebo veľkou plochu, ktorá je v tomto prípade limitovaná rozmermi pracovnej nádoby. Najväčšia možná plocha je limitovaná aj výkonom prúdového zdroja. Prúdový zdroj s výkonom 15 kW je schopný naraz leštiť objekt s plochou maximálne 4 dm^2. Používajú sa však aj zariadenia s inštalovaným výkonom 800 kW, ktoré sú schopné naraz vyleštiť plochu až 200 dm^2 (13).

Na rozšírenie aplikačných možností boli navrhnuté ďalšie zariadenia pre proces plazmového leštenia. Tieto využívajú dýzy, ktorými je elektrolyt privádzaný na potrebné miesta. Vďaka tomu je možné postupne vyleštiť aj veľkorozmerné objekty. Takéto zariadenia bývajú často energeticky úspornejšie. Príklady niektorých konštrukčných riešení týchto zariadení sú na obr. 1.10. Časť A zobrazuje riešenie plazmového zariadenia na leštenie rozmerných plechov. Elektrolyt je cez dýzu striekaný na určitú časť plechu, na ktorej prebieha proces plazmového leštenia. Prebytočný elektrolyt steká naspäť do zbernej nádoby. Leštený plech je pripnutý na posuvné zariadenie, ktoré zabezpečí relatívny pohyb dýzy po celom povrchu plechu. Iné riešenie je na obr. 1.10 B, ktoré umožňuje leštiť štíhle predmety (tyče). Leštený predmet uchytený v manipulačnom zariadení vykonáva voči dýze posuvný a rotačný pohyb.



Obr. 1.10 *Konštrukčné riešenia elektrolyticko-plazmových zariadení*
A – leštenie rozmerných plechov (1-vaňa, 2-motor čerpadla, 3-čerpadlo, 4-dýza, 5-prúd elektrolytu, 6-leštený predmet, prúdový zdroj, 8-elektrolyt)
B – leštenie štíhlych predmetov (1-kumulovaný elektrolyt, 2-vaňa, 3-čerpadlo, 4-motor, 5-dýza s difúzorom, 6- rotácia) (13)

1.2.5 Vplyv parametrov procesu na priebeh a výsledok leštenia

1.2.5.1 Hrúbka paroplazmovej obálky

V ideálnych podmienkach by bola hrúbka parnej blany, resp. paroplazmovej obálky rovnaká po celom povrchu lešteného objektu. V skutočnosti sa hrúbka parnej blany stenčuje s narastajúcou hĺbkou ponorenia predmetu v elektrolyte. Je to vyvolané účinkom hydrostatického tlaku. Para sa tvorí na celom povrchu objektu a prúdi zvislým smerom po jej povrchu a na hornom okraji aktívnej elektródy uniká na hladinu elektrolytu. Tento dej je ďalšou príčinou nerovnakej hrúbky parnej blany okolo aktívnej elektródy, kedy jej množstvo v smere prúdenia narastá. V mieste úniku pary na hornom okraji lešteného predmetu vznikajú tmavšie hnedasté škvrny, ktoré sa dajú chemicky ľahko (17).

1.2.5.2 Napätie medzi elektródami

Základným parametrom pri plazmovom leštení v elektrolyte je hodnota napätia medzi elektródami (13, 17). Z teórie procesu je známe, že súvislá paroplazmová obálka sa na povrchu lešteného predmetu vytvorí až pri určitej kritickej hodnote napätia U_0. Táto minimálna potrebná hodnota napätia však nezabezpečuje úplnú stabilitu procesu. Nie je ešte vhodná na leštenie, pretože sa najmä na hranách objektu porušuje. Tým prichádza objekt do priameho kontaktu s elektrolytom. Pôsobením skratového prúdu dôjde k rýchlemu odpareniu elektrolytu v mieste porušenia paroplazmovej obálky, a tým k jej opätovnému porušeniu. Pri zvýšení napätia medzi elektródami intenzita tohto javu postupne klesá, až sa pri istej hodnote napätia úplne zastaví. Túto hodnotu napätia už môžeme považovať za použiteľnú minimálnu hodnotu (27).

1.2.5.3 Koncentrácia elektrolytu

Koncentrácia elektrolytu patrí k ďalším základným parametrom procesu. Podľa (13, 17, 27, 60) je minimálna hodnota koncentrácie roztoku, v ktorom sa už dá leštiť 2%. Znížením koncentrácie pod 2% výrazne narastá prúdová hustota na aktívnej elektróde a teda v konečnom dôsledku zvýšenie elektrickej energie potrebnej na leštenie. Nízka koncentrácia má vplyv aj na nízku stabilitu procesu a kmitanie najmä pri spúšťaní procesu. Minimálna použiteľná koncentrácia roztoku na leštenie je 4 %. Naopak ak hodnota prekročí 12%, má negatívny vplyv na výsledok procesu, lebo klesá úroveň povrchového lesku. V (27) sa uvádza, že najvyššiu hodnotu lesku mali predmety leštené v elektrolyte s koncentráciou 6 %, pri teplote 60 °C. Z toho najvýraznejší vplyv na dosahovaný lesk povrchu má teplota elektrolytu. Pri zvýšení teploty elektrolytu nad 60 °C sa hodnota úrovne povrchového lesku vždy zhoršuje bez ohľadu na napätie na elektródach a koncentráciu elektrolytu. Pri teplote elektrolytu nad 90 °C je dosahovaná úroveň lesku nerovnomerná a nízka. Zvýšená koncentrácia elektrolytu na dvojnásobok (12%) neprináša pozitívny účinok, dokonca to vedie k zhoršeniu lesku povrchu.

Autori v (17, 64) uvádzajú a potvrdzujú predchádzajúci údaj, že teplota elektrolytu 60 °C vedie nielen k najlepšej úrovni dosahovaného lesku povrchu, ale aj priebeh poklesu drsnosti povrchu a úberu materiálu je pri tejto teplote najpriaznivejší. Aj pri leštení pri tejto teplote nie všetky plochy na leštenom predmete dosahujú rovnaký priebeh úberu materiálu a poklesu drsnosti. Je preukázateľné, že na spodných plochách je úber materiálu a pokles drsnosti vyšší a naopak na horných plochá nižší, čo je spôsobené vertikálnym únikom vodnej pary a plynov. Z tohto dôvodu musíme pre dokonalé vyleštenie objektu zabezpečiť jeho otočenie. Deje sa tak jednoduchou zmenou upnutia lešteného predmetu na prípravku.

1.2.5.4 Čas leštenia

Čas je tiež základným parametrom plazmového leštenia. Počas leštenia prvých 30 až 120 s dochádza k najintenzívnejšiemu poklesu drsnosti povrchu, keď drsnosť môže klesnúť až na polovicu z pôvodnej hodnoty (napr. Ra sa zmení z hodnoty 0,24 μm na 0,12 μm). S ďalším časom leštenia 120 až 240 s už pokles drsnosti nie je tak výrazný. Aktívna plocha povrchu sa znižuje a hodnota Ra sa zmení z 0,12 μm iba na 0,10 μm. Vo všeobecnosti sa pre leštenie bežne aplikujú časy 2 až 8 minút v závislosti od lešteného materiálu. Pre leštenie antikoróznej ocele sa používa čas 1,5 až 5 minút, pre titán je bežný čas 2 až 4 minúty, pre Al a jeho zliatiny 1 až 2 minúty a pre Cu a jej zliatiny 1 až 1,5 minúty. Kratšie časy 0,1 až 2 minúty sú používané najmä na odhrotovanie (13).

1.2.6 Výhody, nevýhody a použitie plazmového leštenia v elektrolyte

Jednou z najdôležitejších výhod tejto technológie sú ekologické a hygienické aspekty, pretože sa nemusia používať toxické a zdraviu škodlivé látky (13, 37).

Pred plazmovým leštením nie je treba zaraďovať operáciu dôkladného odmasťovania leštených objektov. Mastnota na proces nemá výrazný vplyv, dá sa ním efektívne odstrániť, naproti tomu pri elektrochemickom leštení podporuje tvorbu pitingov. Dobrým znakom, že plazmovým leštením sa z povrchu odstraňujú organické nečistoty, je uhol zmáčania povrchu. Čím sa povrch leští dlhšie, tým je povrch čistejší a voda zmáča povrch viac (13).

Pri plazmovom leštení nedochádza k efektu tienenia. Dajú sa vyleštiť aj vnútorné plochy alebo dutiny bez použitia pomocnej elektródy, ktorá by sa do nich vkladala. V porovnaní s elektrochemickým leštením to je podstatná prednosť (13, 41, 60).

Proces plazmového leštenia má mnohé oblasti použitia. Okrem znižovania drsnosti povrchu dochádza aj k zvyšovaniu jeho odrazivosti (lesku) až o 70 %. Pri leštení antikoróznej ocele je dosiahnutý lesk dlhodobý a zlepšujú sa tak vzhľadové vlastnosti objektov. Stúpa korózna odolnosť povrchu, pretože povrch je hladší, odolnejší voči zachytávaniu nečistôt, plesní a baktérií. To sa využíva najmä pri povrchovej úprave objektov, ktoré sú používané vo farmaceutickom, medicínskom, potravinárskom, chemickom, petrochemickom alebo zbrojnom priemysle. V medicíne sa leštia chirurgické alebo oftalmologické nástroje a pomôcky, ďalej aj kĺbové endoprotézy, čeľustné implantáty a „stenty“ v kardiológii. Svoje uplatnenie nachádza aj pri výrobe polovodičovej techniky. Po leštení je povrch zbavený nečistôt, tuku a náterových hmôt. Dajú sa ním odstrániť PVD a CVD povlaky, no zároveň vyleštený povrch môže slúžiť ako dobrý podklad pre zmienené povlakovanie. Ďalšou oblasťou použitia je odhrotovanie predmetov. Čas odhrotovania sa zvyčajne volí kratší ako samotné leštenie. Trvá od 0,1 minúty až po 2 minúty. Vďaka nastaveniu presných parametrov a času leštenia dosahuje odhrotovanie dobré výsledky z hľadiska pravidelnosti a efektivity. Plazmové leštenie si nachádza svoje miesto aj v stavebnom priemysle. Veď len na území Bieloruska bola v poslednom období (roky 2000 až 2010) takto vyleštená antikorózna oceľ s celkovou plochou viac ako 25 tisíc m^2, ktorá bola následne použitá na stavbu športového areálu, knižnice alebo vlakovej stanice v hlavnom meste tejto krajiny (13, 27, 29, 65, 67).

2 CIELE PRÁCE

Predložená práca rieši problematiku z oblasti povrchovej úpravy výrobkov z antikoróznych ocelí. Finálnou úpravou povrchu výrobkov z týchto ocelí je zvyčajne leštenie. Predmetom práce je leštenie výrobkov, pri ktorých nie je žiaduce alebo možné použiť mechanický spôsob leštenia povrchu. Na tento účel sa v priemyselnej praxi bežne používa elektrochemický spôsob leštenia. V nedávnej minulosti bola ale vyvinutá alternatíva k tejto klasickej metóde leštenia, a to plazmové leštenie kovového povrchu v elektrolyte. Táto technológia nie je zatiaľ príliš známa, v priemyselnej praxi je využívaná ojedinele. Na to, aby sa technológia plazmového leštenia v priemyselnej výrobe viac rozšírila a nahradila existujúci spôsob leštenia kovového povrchu, musí prinášať určité výhody či už technologické, ekologické a v konečnom dôsledku ekonomické. Aby bolo možné stanoviť prednosti, nedostatky a najvhodnejšie aplikačné oblasti tejto technológie vzhľadom na štandardný spôsob leštenia antikoróznych ocelí, je potrebné vlastnosti a možnosti oboch týchto výrobných technológií experimentálne porovnať.

Riešiteľské pracovisko disponuje technologickým zariadením pre plazmové leštenie kovových povrchov, ktoré je využívané nielen na výskumné účely, ale aj v rámci podnikateľskej činnosti fakulty, výsledkom čoho sú dlhoročné skúsenosti s touto technológiou. Na porovnanie technologických vlastností plazmového leštenia a elektrochemického leštenia bolo potrebné leštiť experimentálne vzorky obidvoma spôsobmi. Pôvodne sa uvažovalo, že vzorky budú elektrochemicky leštené externe v niektorej organizácii, ktorá technológiou elektrochemického leštenia disponuje. Kvôli neochote firiem, ktoré využívajú elektrochemické leštenie len v rámci svojho výrobného procesu, veľké vzdialenosti a rozsah plánovaných experimentov sa však od týchto plánov upustilo a bolo rozhodnuté, že vzorky sa budú elektrochemicky leštiť na pracovisku katedry. Nutným predpokladom na splnenie vytýčeného cieľa práce bolo preto vybaviť laboratórium povrchových úprav vhodným experimentálnym zariadením na elektrochemické leštenie vzoriek a získať dostatok teoretických, ale aj praktických skúsenosti s touto technológiou. Pre vtedajší nedostatok finančných prostriedkov na zakúpenie komerčne vyrábaného zariadenia bolo jediným východiskom takéto zariadenie na pracovisku navrhnúť a aj vyrobiť.

Z vytýčených cieľov vyplývajú nasledovné konkrétne úlohy:

- štúdiom literárnych zdrojov získať potrebné teoretické poznatky a informácie týkajúce sa technológie plazmového leštenia a technológie elektrochemického leštenia,

- vyhľadanie a naštudovanie platných bezpečnostných predpisov pre prácu so žieravinami a nebezpečnými chemikáliami, preštudovanie bezpečnostných predpisov pre prevádzku elektrochemických zariadení,
- navrhnúť a skonštruovať experimentálne zariadenie pre technológiu elektrochemického leštenia,
- analýza dostupných informácií z literárnych zdrojov ohľadom chemického zloženia elektrolytov, na základe získaných poznatkov zvoliť konkrétne zloženie elektrolytu na elektrochemické leštenie vzoriek,
- návrh metodiky experimentálnych prác a konkretizácia jednotlivých krokov postupu pri experimentoch,
- návrh a príprava experimentálnych vzoriek,
- voľba vhodných parametrov procesu elektrochemického leštenia,
- experimenmtálne skúmanie vybraných vlastností procesu elektrochemického leštenia pri zvolených parametroch,
- experimentálne skúmanie vybraných vlastností procesu plazmového leštenia v elektrolyte,
- analýza získaných výsledkov a porovnanie vlastností oboch procesov z hľadiska ich technologických možností.

3 METODIKA EXPERIMENTÁLNYCH PRÁC

Návrh metodiky a konkrétneho postupu pri riešení experimentálnych prác vychádza z vytýčených cieľov práce. Jej hlavným cieľom je experimentálne porovnanie technologických možností dvoch alternatívnych spôsobov leštenia kovového povrchu. Technologické možnosti a vlastnosti oboch procesov budú skúmané a hodnotené na základe vlastností povrchu vylešteného pri špecifikovaných podmienkach. Na tento účel budú vyrobené vzorky, na ktorých budú hodnotené nasledovné parametre:

- hodnota drsnosti povrchu *Ra* (μm),
- úroveň lesku *G* (GU),
- úber – hrúbka odobratej vrstvy materiálu z lešteného povrchu *A* (μm).

Na základe zmeraných parametrov povrchu vzoriek pred leštením a po leštení budú stanovené vlastnosti jednotlivých technologických procesov, t.j. procesu plazmového leštenia v elektrolyte a procesu elektrochemického leštenia. Základom pre hodnotenie vybraných vlastností procesu leštenia budú experimentálne získané závislosti:

- závislosť poklesu drsnosti lešteného povrchu od času leštenia,
- závislosť nárastu lesku od času leštenia,
- závislosť hodnoty úberu od času leštenia.

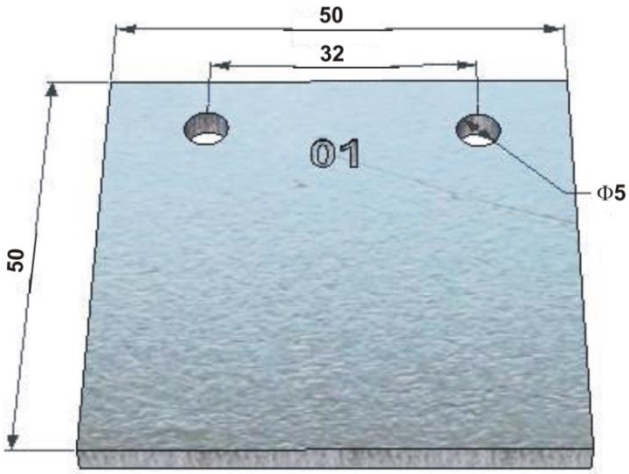
Na základe týchto závislostí budú hodnotené nasledovné vlastnosti procesu:

- rýchlosť relatívneho poklesu drsnosti povrchu *vRa* (%.min^{-1}),
- rýchlosť nárastu úrovne lesku *vG* (GU.min^{-1}),
- rýchlosť úberu materiálu z lešteného povrchu *vA* (μm.min^{-1}),
- minimálna dosiahnuteľná hodnota drsnosti lešteného povrchu Ra_{MIN} (μm),
- maximálna dosiahnuteľná úroveň lesku G_{MAX} (GU),
- rovnomernosť účinku procesu.

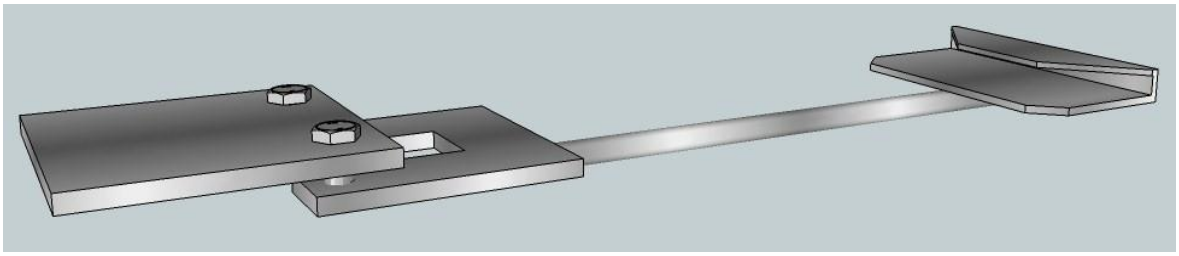
3.1 Experimentálne vzorky

Pre účely riešenia experimentálnej časti predloženej práce boli navrhnuté vzorky s jedným zanedbateľným rozmerom (podrobnosti sú uvedené v tab. 3.3). Preto bol na výrobu vzoriek zvolený plech z antikoróznej ocele hrúbky 3 mm. Hrúbka 3 mm bola zvolená ako kompromis medzi požiadavkou na čo najmenšiu hrúbku vzorky a možnosťou uchytenia vzorky a jej manipuláciou pri brúsení a mechanickom leštení na metalografickej brúske, no rovnako aj

zamedzeniu možných deformácií vzoriek pri ich manipulácii alebo samotnom leštení. Voľba rozmerov vzorky bola tiež kompromisom. Z hľadiska náročnosti ručného brúsenia povrchu vzoriek na metalografickej brúske by mala mať vzorka čo najmenšie rozmery a z hľadiska procesu elektrochemického a plazmového leštenia by vzorka nemala mať príliš malý povrch, aby získané údaje neboli skreslené a podmienky pri leštení zodpovedali podmienkam pri leštení reálnych objektov. Nakoniec bol zvolený rozmer vzoriek 50 × 50 mm (obr. 3.1). Vzorky boli vyrezané vodným lúčom z tabule plechu s pomerne vysokou povrchovou drsnosťou. Na väčšinu plánovaných experimentov boli určené vzorky s povrchom v surovom stave (po valcovaní). Ak by sa použil bežne dostupný valcovaný materiál s hladkým povrchom, pri väčšine vzoriek by musel byť povrch na hrubo prebrúsený, aby sa dosiahla povrchová drsnosť rádovo v jednotkách mikrometra. Pri leštení vzoriek, či už elektrochemicky, alebo plazmovým výbojom v elektrolyte je potrebné vzorky mechanicky upevniť k držiaku, pomocou ktorého sa zavesia do priestoru pracovnej nádoby. Tento držiak zároveň slúži ako prívod elektrického prúdu pre vzorku, preto spojenie vzorky a držiaku musí byť vyhovujúce aj z elektrického hľadiska. Z uvedeného dôvodu bola na každej vzorke vyvŕtaná dvojica otvorov Ø 5 mm, slúžiaca na pripevnenie vzorky k držiaku pomocou dvoch skrutiek M4 (obr. 3.2). Držiak so vzorkou je pred leštením zavesený na anódovú tyč, čím je jednoznačne určená poloha vzorky v pracovnej nádobe. Pre jednoznačnú identifikáciu vzoriek je v priestore medzi otvormi každej vzorky vyrazené jedinečné číslo.



Obr. 3.1 *Experimentálna vzorka*



Obr. 3.2 *Leštiaci prípravok s upevnenou vzorkou*

Z dôvodu získania presných informácií chemického zloženia materiálu vzoriek sa vykonala analýza chemického zloženia chemickým analyzátorom Spectrocast. Sledoval sa obsah hlavných a sprievodných prvkov v materiáli. Na elimináciu chýb merania bola analýza vykonaná trikrát a jej výsledky sú uvedené v tab. 3.1. Analýza preukázala, že ide o austenitickú oceľ s označením X10 CrNi 18/8 a jej bližšia špecifikácia je v tab. 3.2.

ANALÝZA CHEMICKÉHO ZLOŽENIA VZORKY
ANALYZÁTOROM SPECTROCAST Tabuľka 3.1

	Zastúpenie chem. prvkov (%)												
Meranie	**C**	**Mn**	**Si**	**P**	**S**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Al**	**Co**	**Cu**	**Ti**	**Fe**
1	0,16	0,75	0,57	0,03	0,011	18,04	8,7	0,14	0,296	0,07	0,1	0,6	70,49
2	0,15	0,74	0,58	0,031	0,011	18,01	8,95	0,14	0,296	0,07	0,1	0,6	70,27
3	0,13	0,74	0,58	0,03	0,01	18	8,86	0,14	0,29	0,07	0,1	0,58	70,42

ZLOŽENIE OCELE X 10 CrNi 18/8 PODĽA 68 [102] Tabuľka 3.2

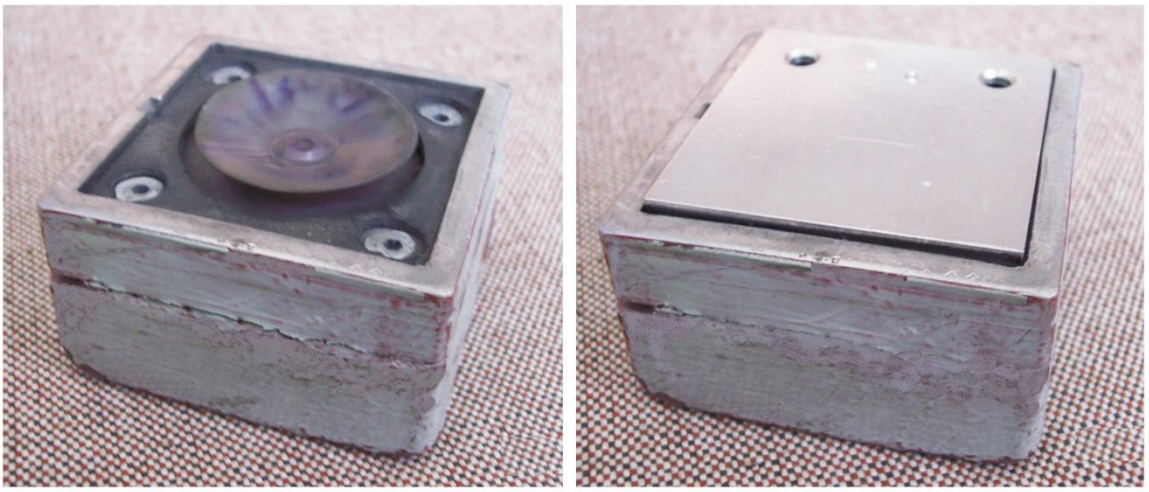
Označenie			**Chemické zloženie (%)**						
W.Nr.	**USA/AISI**	**EN**	**C**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**S**	**P**	**Si**
1.4310	301/S30100	X10 CrNi 18/8	0,05-0,15	16-19	6-9,5	<0,80	≤0,015	≤0,045	≤2,0
Vlastnosti									
Rm (MPa)		**Rp 0,2% (MPa)**		**A (%)**		**Tvrdosť max. HRB**		**Štruktúra**	
500-700		195		40		94		austenitická	

VLASTNOSTI POUŽITÝCH
EXPERIMENTÁLNYCH VZORIEK Tabuľka 3.3

Stav povrchu	surový
Lesk G (GU)	21
Drsnosť Ra (µm)	1,7
Hrúbka h (mm)	3,0
Rozmery (mm×mm)	50 × 50
Celková plocha (mm^2)	5600
Hmotnosť (g)	55

Pri niektorých experimentoch sa vyžadujú vzorky s nízkou hodnotou drsnosti povrchu, ako to uvádza tab. 3.3. V takomto prípade boli vzorky manuálne brúsené na metalografickej brúske postupne brúsnymi papiermi s klesajúcou zrnitosťou, časť z nich bola aj mechanicky

vyleštená. Takúto predúpravu vzoriek brúsením umožnil na tento účel vyrobený držiak (obr. 3.3). Radiálne sily pri brúsení povrchu vzorky zachytáva jeho kovový rám, do ktorého sa vzorky vkladajú a vypadnutiu vzorky z rámu po jednotlivých krokoch brúsenia zabraňuje gumová prísavka.



Obr. 3.3 *Prípravok na držanie vzoriek počas brúsenia a mechanického leštenia*

3.2 Meranie a hodnotenie povrchovej drsnosti

Drsnosť povrchu charakterizuje geometrickú vlastnosť povrchu a nedá sa priamo merať. Preto sa merajú vhodné charakteristiky na povrchu, na základe ktorých sa následne určia hodnoty, ktoré sa považujú za kritériá drsnosti povrchu. Existuje viacero metód merania charakteristík povrchu, za najdokonalejšiu sa považuje dotyková metóda. Pri nej sa ostrý hrot posúva po meranom povrchu a súčasne sa zaznamenáva jeho vertikálna výchylka, čím sa získa sústava dvojíc bodov – profil drsnosti povrchu. Parametre drsnosti povrchu sú následne vypočítané z nameraného profilu povrchu priamo drsnomerom – profilometrom. Na meranie drsnosti povrchu vzoriek bol použitý dotykový profilometer TR 200.

Najčastejšie vyhodnocovanými parametrami drsnosti povrchu sú stredná aritmetická odchýlka povrchu Ra, aritmetický priemer najväčších výšok profilu Rz a maximálna hodnota najväčších výšok profilu Rz_{MAX}. Pri vyhodnocovaní drsnosti povrchu v rámci experimentálnych prác sa bude vyhodnocovať stredná aritmetická odchýlka povrchu Ra, keďže je v technickej praxi najčastejšie predpisovaná. Na stanovenie poklesu povrchovej drsnosti je drsnosť povrchu vzorky meraná vždy pred plazmovým, alebo elektrochemickým leštením a po ňom. Ideálne by bolo, ak by sa hodnota drsnosti mohla merať vždy na rovnakom mieste povrchu vzorky, s presnosťou rádovo v mikrometroch, čo však prakticky nie je možné. Zrejme to je aj dôvod, prečo vykazujú jednotlivé hodnoty merania drsnosti značný rozptyl, aj keď sa merajú

z „makroskopického hľadiska“ na rovnakom mieste. Stačí, ak sa na meranej dráhe práve nachádza lokálny defekt na povrchu (ryha, škrabanec) a výsledná hodnota drsnosti sa bude diametrálne odlišovať od priemernej hodnoty drsnosti povrchu blízkeho okolia.

Aby sa zvýšila presnosť a reprodukovateľnosť nameraných hodnôt drsnosti povrchu vzorky, stanovil sa nasledovný postup pri vyhodnocovaní nameraných hodnôt. Na každej vzorke bude meraná drsnosť povrchu aspoň 10-krát v okolí geometrického stredu vzorky. V prípade vzoriek s brúseným povrchom sa drsnosť meria vždy v smere kolmom na smer brúsenia. Z nameraných hodnôt drsnosti sa vypočíta priemerná hodnota a pre každú nameranú hodnotu sa vypočíta odchýlka od priemernej hodnoty. Päť nameraných hodnôt, ktoré majú najmenšiu odchýlku od priemernej hodnoty, sa ponechá, ostatné hodnoty sa vylúčia z výpočtu priemernej hodnoty povrchovej drsnosti. Na túto „filtráciu“ nameraných hodnôt sa používa tabuľkový kalkulátor MS Excel. Ako vyplýva z výsledkov experimentálneho overovania, navrhnutý postup výrazne zvýšil opakovateľnosť nameraných hodnôt drsnosti.

3.3 Meranie a hodnotenie lesku povrchu

Úroveň lesku sa meria pomocou leskomerov (glossmetrov). Princíp merania spočíva v meraní optickej odrazivosti skúmaného povrchu pre svetelné lúče. Na skúmaný povrch sa usmernia svetelné lúče známej intenzity pod určitým uhlom a pod takým istým uhlom sa meria množstvo odrazeného svetla. Uhol merania závisí od materiálu, charakteru a vlastností skúmaného povrchu, používajú sa hodnoty 20°, 45°, 60°, 75° a 85°, pre kovy sa používa uhol 60°. Kovové povrchy majú oveľa vyššiu odrazivosť svetla a sú podstatne menej závislé od uhla merania než nekovové materiály. Pri meraní lesku sa nevyhodnocuje priamo množstvo odrazeného svetla, ale leskomer porovnáva nameranú hodnotu s množstvom odrazeného svetla od povrchu referenčnej vzorky z čierneho lešteného skla s definovaným indexom lomu. Odrazivosť referenčnej vzorky je definovaná ako 100 GU, t.j. 100 jednotiek lesku (Gloss Units). Pri meraní lesku kovových povrchov je možné výsledok merania udávať aj v % množstva odrazeného svetla (69).

Väčšina leskomerov meria lesk na väčšej ploche (napr. 5 cm^2). Riešiteľské pracovisko disponuje leskomerom Novo-Curve od Rhopoint Instruments®, ktorý meria úroveň lesku na ploche iba 2 x 2 mm. To umožňuje merať lesk aj na menších vzorkách, valcovitých plochách a čo je z hľadiska riešenej problematiky dôležitejšie, je možné týmto leskomerom zmerať a porovnať lesk na rôznych častiach vzorky a vyhodnotiť tak dosahovanú rovnomernosť lesku pri leštení. Pri meraní lesku vo všetkých ostatných prípadoch v rámci riešenia práce je úroveň

lesku meraná v piatich bodoch v oblasti geometrického stredu vzorky. Výslednou hodnotou lesku je aritmetický priemer nameraných hodnôt v jednotkách GU. Znečistenie povrchu vzorky či už celkové, alebo lokálne v oblasti merania, spôsobuje nepresnosti pri meraní lesku. Každá vzorka musí preto byť pred meraním povrchových vlastností dokonale vyčistená a odmastená.

3.4 Meranie a hodnotenie úberu materiálu z lešteného povrchu

Počas leštenia je z povrchu vzorky postupne odoberaný materiál. Hrúbka tejto odobratej vrstvy v mikrometroch sa nazýva úber. Hoci nejde priamo o vlastnosť lešteného povrchu, jej hodnota ovplyvňuje rozmery lešteného objektu, čo môže negatívne vplývať na jej funkčnosť, predovšetkým v prípade strojárskych súčiastok s prísnymi toleranciami rozmerov. Teoreticky je možné hodnotu úberu vypočítať jednoducho z rozdielu sledovaného rozmeru pred leštením a po ňom. Obvyklá hodnota úberu pri leštení antikoróznych ocelí je niekoľko mikrometrov. Takúto zmenu rozmerov je možné prakticky odmerať použitím digitálnych mikrometrov, ktoré majú rozlišovaciu schopnosť jeden mikrometer. Ak je rozlišovacia schopnosť meracieho prístroja na úrovni meranej hodnoty, získané hodnoty z hľadiska presnosti sú nepoužiteľné. Z uvedeného dôvodu bol navrhnutý postup stanovenia hodnoty úberu vážením vzorky pred leštením a po ňom.

Z rozdielu hmotnosti vzorky pred leštením a po leštení je možné stanoviť objem odobraného materiálu. Objem odobraného materiálu je trojrozmerná hodnota, ktorú treba prepočítať na jednorozmernú hodnotu. V prípade mechanického leštenia vzorky sa materiál odoberá len z jednej plochy a stanoviť hodnotu úberu z rozdielu hmotnosti vzorky je triviálne. V prípade elektrochemického a plazmového leštenia sa výpočet komplikuje, pretože proces odoberá materiál zo všetkých plôch, pričom hodnota úberu na jednotlivých plochách vzorky nemusí byť rovnaká. Aby sa vplyv možnej nerovnomernosti úberu pri experimentoch minimalizoval, boli použité vzorky v tvare kvádra s jedným zanedbateľným rozmerom. Rozmery kvádra by mali byť čo najväčšie vzhľadom na hrúbku, aby súčet plochy obvodových častí kvádra bol čo najmenší vzhľadom na plochu čelnej a zadnej steny. Takýmto spôsobom sa dosiahne toho, že množstvo odobratého materiálu na čelnej a zadnej ploche bude oveľa väčšie než množstvo materiálu odobratého z obvodu vzorky, čo umožní zanedbať vplyv možného nerovnomerného úberu pri leštení.

Pri výpočte hodnoty úberu z rozdielu hmotnosti sa z vyššie uvedeného dôvodu bude predpokladať, že hodnota úberu je na každej stene kvádra rovnaká. Pri výpočte sa ďalej nebude uvažovať so skutočnosťou, že úber materiálu je na hranách lešteného objektu väčší, v dôsledku

čoho prebieha postupné zaobľovanie hrán v mikrometrickej oblasti, to znamená, že polomer zaoblenia je rádovo v jednotkách mikrometra. Pre hmotnosť vzorky pred leštením m_0 v tvare kvádra s rozmermi a_0, b_0 a c_0 platí:

$$m_0 = \rho . a_0 . b_0 . c_0 \,, \qquad [1]$$

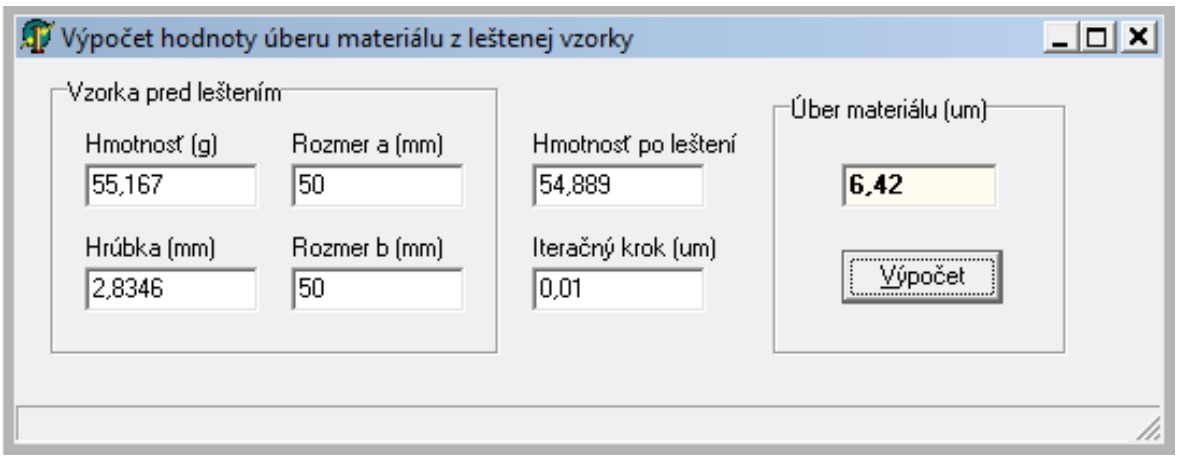
kde ρ je hustota materiálu vzorky. Pri leštení sa z každej plochy povrchu uberie vrstva materiálu s hrúbkou Δ, zníži sa hmotnosť na hodnotu m_1 a rozmery vzorky sa zmenšia o hodnotu úberu Δ z každej strany rozmeru:

$$m_1 = \rho . (a_0 - 2.\Delta) . (b_0 - 2.\Delta) . (c_0 - 2.\Delta). \qquad [2]$$

Po dosadení hustoty ρ vyjadrenej zo vzťahu (1) do vzťahu (2) a po úprave dostávame rovnicu:

$$\frac{m_1}{m_2} . a_0 . b_0 . c_0 = (a_0 - 2.\Delta) . (b_0 - 2.\Delta) . (c_0 - 2.\Delta). \qquad [3]$$

Hodnota úberu materiálu sa bude počítať z navážených hodnôt numericky iteračnou metódou na základe vzťahu (3). K tomuto účelu bol vytvorený jednoduchý softvér, ktorého prostredie je na obr. 3.4.



Obr. 3.4 *Pracovné prostredie softvéru na výpočet hodnoty úberu materiálu*

Na výpočet úberu materiálu slúžila ako hlavný parameter hmotnosť vzorky pred leštením a po leštení. Použité laboratórne váhy boli schopné vážiť s presnosťou 1 mg. Hmotnostný rozdiel 1 mg spôsobil, že vypočítaná hodnota hrúbky odobratej vrstvy *A* sa zmenila o hodnotu 0,03 µm. Táto hodnota je považovaná za rozlišovaciu schopnosť z hľadiska hmotnosti vzorky.

Druhý parameter, ktorý sa do softvéru zadáva, je rozmer vzorky, ktorého presné určenie možno považovať za menej podstatné z hľadiska presnosti výsledku, pretože vloženie jedného

rozmeru vzorky väčšieho o 1 mm spôsobí rozdiel v konečnom výsledku hrúbky odobratej vrstvy iba 0,01 μm.

3.5 Hodnotenie vlastností procesu leštenia

Vybrané vlastnosti procesu sú hodnotené na základe zmien sledovaných vlastností povrchu (drsnosť, lesk, úber) pri leštení povrchu vzoriek postupne po zvolených časových intervaloch. Na základe poznatkov z literatúry (2, 3, 13) vyplýva, že k najväčším zmenám povrchových vlastností dochádza v prvých minútach leštenia. Preto zvolené časové intervaly leštenia budú najskôr krátke a postupne sa budú predlžovať. Počet nameraných bodov a teda aj celkový čas leštenia nie je vopred známy, závisí to od vlastností procesu pri daných parametroch. Môže ísť o desiatky minút až hodiny. Taký dlhý čas leštenia sa v technickej praxi nepoužíva, ale cieľom pri týchto experimentoch je zistiť maximálnu dosiahnuteľnú úroveň lesku a minimálnu hodnotu drsnosti pri daných parametroch procesu. V meraní sa preto pokračuje dovtedy, kým sa nezastaví pokles hodnôt drsnosti, alebo nárast úrovne lesku. Postup merania sledovaných vlastností povrchu a spôsob vyhodnocovania nameraných údajov je popísaný v predošlých častiach tejto kapitoly.

Na základe nameraných hodnôt sa zostroja závislosti poklesu drsnosti lešteného povrchu od času leštenia, nárastu lesku od času leštenia a závislosť hodnoty úberu od času lešenia. Tieto závislosti budú vyhotovené zvlášť pre plazmové leštenie a zvlášť pre elektrochemické leštenie, a to pre každú skupinu zvolených parametrov procesu podľa tab. 3.4. Využitím takto získaných závislosti je možné vyhodnotiť skúmané vlastnosti procesu leštenia definované v úvodnej časti kapitoly.

Ďalším hodnoteným parametrom je rovnomernosť účinku procesu na leštenú plochu. Pri pokusoch s elektrochemickým leštením sa zistilo, že okraj vzorky je viac lesklý než stred vzorky v prvých minútach leštenia (70). Pri dlhších časoch už tento rozdiel v lesku nebol vizuálne pozorovateľný, keďže nárast úrovne lesku je nelineárny a rozdiely v lesku na vzorke sa postupne vyrovnávajú. Avšak hodnota úberu materiálu z povrchu leštenej vzorky je lineárnou závislosťou od času leštenia a zároveň je úmerná aj lokálnej hustote elektrického prúdu. To je aj dôvod, prečo je v tejto práci nerovnomernosť účinkov procesu na leštený povrch posudzovaná na základe rozdielov lokálnej hodnoty úberu. Na lokálnu hodnotu úberu vplýva tvar lešteného objektu a v závislosti od neho aj rozmiestnenie, tvar a vzdialenosť katód od lešteného povrchu (2, 3, 41). Pri experimentoch s elektrochemickým leštením bude konfigurácia elektród vždy rovnaká. Leštená vzorka sa bude nachádzať v geometrickom strede

pracovnej nádoby s elektrolytom, katódy budú zavesené pri okrajoch nádoby pozdĺž jej dlhšej strany. Plocha povrchu katód je výrazne väčšia než plocha povrchu anódy – leštenej vzorky s držiakom, čo sa prejaví nerovnomerným rozložením prúdovej hustoty na povrchu anódy, a tým aj nerovnomerným účinkom procesu na leštený povrch. Predpokladá sa, že prúdová hustota na povrchu leštenej vzorky sa postupne bude zvyšovať od stredu vzorky smerom k jej okrajom a takto sa bude meniť aj hodnota úberu. Hodnota nerovnomernosti úberu *dA* bude vypočítaná ako relatívny nárast hodnoty úberu na okrajoch vzorky vzhľadom na jej stred. Aby sa vylúčil vplyv držiaka v hornej časti vzorky a prípadný vplyv hydrostatického tlaku na úber, hodnota úberu je skúmaná na vodorovnej osi vzorky vzhľadom na polohu, pri ktorej bola vzorka upevnená počas leštenia. Úber je hodnotený na základe zmeny hrúbky vzorky meranej od jedného okraja vzorky po druhý okraj. Hrúbka vzorky sa meria po dlhodobom leštení vzorky, preto sú aj rozdiely hrúbky merateľné bežným mikrometrom s pomerne vysokou presnosťou.

Posledným hodnoteným parametrom procesov leštenia je vplyv starnutia, resp. vyčerpanosti elektrolytu. Postupným používaním elektrolytu sa mení jeho zloženie, zvyšuje sa koncentrácia rozpustených solí. Všetky tieto zmeny prirodzene vedú k degradácii vlastností procesu leštenia bez ohľadu na to či ide o elektrochemické leštenie, alebo plazmové leštenie v elektrolyte. Na experimentálne posúdenie tohto vplyvu budú vzorky leštené v novo pripravenom elektrolyte a v dlhodobo používanom elektrolyte. Miera vplyvu vyčerpanosti elektrolytu bude potom posudzovaná na základe rozdielov v lesku a v dosiahnutej drsnosti povrchu na vzorkách leštených v novom a použitom elektrolyte.

Aby bolo možné porovnať vlastnosti elektrochemického a plazmového procesu, je nutné určitým spôsobom špecifikovať úroveň, alebo stupeň vyčerpanosti elektrolytu pre obe technológie. Obvyklým riešením je merať množstvo elektrickej energie, ktorá prešla roztokom elektrolytu od jeho nasadenia a túto hodnotu vztiahnuť na jednotkový objem elektrolytu. Kontinuálne meranie množstva elektrickej energie je však v podmienkach laboratória nerealizovateľné, preto stupeň vyčerpanosti elektrolytu bude kvantifikovaný množstvom odlešteného kovu v tomto roztoku. Za tým účelom je potrebné všetky kovové predmety, ktoré sa počas experimentov môžu dostať do styku s elektrolytom, vopred odvážiť na presných laboratórnych váhach. Týka sa to samozrejme aj všetkých vzoriek a ich držiakov. V momente, keď je treba určiť stav vyčerpanosti elektrolytu, sa všetky tieto predmety znova odvážia a rozdielom hmotností sa vypočíta množstvo kovu odobratého z lešteného povrchu.

Stav vyčerpanosti elektrolytu pre plazmové leštenie by mal byť adekvátny k stavu elektrolytu pre elektrochemické leštenie aby bolo možné výsledky vzájomne porovnať. Špecifikovať stav elektrolytu množstvom odlešteného kovu na liter použitého elektrolytu by

mohlo byť istým riešením, ale tento spôsob by nezohľadňoval skutočnosť, že na dosiahnutie rovnakého výsledku leštenia tieto procesy odoberajú rozdielne množstvo materiálu z lešteného predmetu. Z uvedeného dôvodu bude stav elektrolytu posudzovaný celkovou veľkosťou plochy, ktorá bola vyleštená na vopred definovanú kvalitu – hodnotu lesku alebo drsnosti povrchu. Postup výpočtu bude nasledovný:

- poznáme celkové množstvo odlešteného kovu *m*, zistené vážením tak, ako je to uvedené v predchádzajúcom odseku;
- poznáme objem použitého elektrolytu V;
- na základe známych vlastností procesu, ktoré budú zistené v priebehu experimentálnych prác sa určí, aký je potrebný čas leštenia t_x na dosiahnutie stanovenej kvality vyleštenéhо povrchu;
- na základe známych vlastností procesu sa vypočíta hmotnostný úber materiálu na jednotku leštenej plochy Am_X počas časového intervalu t_x;
- veľkosť celkovej leštenej plochy *S* získame ako podiel celkového množstva odlešteného materiálu na 1 liter elektrolytu a hmotnostným úberom Am_X:

$$S = \frac{m}{V.Am_x} \text{ [dm].} \qquad [4]$$

Hodnota *S* teda vyjadruje veľkosť fiktívnej plochy, pri leštení ktorej na predpísanú kvalitu (lesk, drsnosť) sa z jej povrchu odoberie materiál práve s hmotnosťou *m*. Pri porovnávaní citlivosti jednotlivých procesov leštenia na stav vyčerpanosti elektrolytu bude množstvo odlešteného kovu v jednom z elektrolytov upravené tak, aby sa vypočítané hodnoty fiktívnej plochy S pre jednotlivé elektrolyty rovnali. Takýmto spôsobom bude zaistené, že použité elektrolyty budú mať rovnaký stav vyčerpanosti z hľadiska vyššie špecifikovaného prístupu

3.6 Použité meracie prístroje

Digitálne multimetre typu UNITEST Optical RS232, ktoré boli použité na meranie presných hodnôt prúdu a napätia.

Drsnomer TR 200 slúžil na posudzovanie zmeny drsnosti povrchu leštenej vzorky pred leštením a po leštení. Prístroj je schopný merať až 13 parametrov drsnosti. Merací rozsah prístroja pre hodnotu strednej aritmetickej odchýlky Ra je (0,005 – 16) µm, rozlíšenie 0,01 µm. Presnosť prístroja spĺňa DIN 4772 triedy 2. Meranie drsnosti je kontaktné s polomerom diamantového hrotu 5 µm. Dotykový systém mení relatívne pohyby hrotu na elektrické napätie,

teda pracuje ako mechanicko – elektrický prevodník. Rozmery prístroja sú (141 × 56 × 48) mm a jeho hmotnosť je 480 g. Prístroj umožňuje prepojenie s PC a vďaka stojanu je meranie drsnosti univerzálne a jednoduché pre mnohé typy objektov (71, 72).

Leskomer typu Novo-Curve od Rhopoint Instrumenst® slúžil na presné posúdenie hodnoty lesku povrchu. Meracia geometria prístroja je 60° s automatickou kontrolou meraného rozsahu od matných až po zrkadlovo lesklé povrchy vyhovujúca ASTM D523 a ISO 2813. Meraná plocha je 2x2 mm, čo umožňuje merať lesk aj na valcových plochách. Prístroj meria lesk v jednotkách GU, odvodené z anglického "gloss units" – jednotky lesku. Základné rozmery prístroja sú (200×220×100) mm pri hmotnosti 2,5 kg. Taktiež umožňuje prepojenie s PC a priamo tak zapisovať namerané hodnoty do tabuľkového editora (69, 73).

Digitálny mikrometer typu Moore & Wright 237 s meracím rozsahom 0,001 – 25 mm bol použitý na meranie hrúbky leštených vzoriek. Namerané údaje slúžili na určenie úberu materiálu (resp. hrúbky odobratej vrstvy) počas leštenia.

Laboratórna váha Mettler Toledo PB-303S s meracím rozsahom 0,02 – 310 g slúžila na meranie hmotností vzoriek pred leštením a po leštení. Namerané hodnoty hmotností slúžili na výpočet hodnoty úberu materiálu z lešteného povrchu.

3.7 Leštenie povrchu vzoriek

3.7.1 Postup

Postup pri leštení vzoriek elektrochemickým alebo plazmový procesom bol zhodný. Pozostával z nasledovných krokov:

- príprava vzorky na leštenie,
- samotné leštenie vzorky,
- čistenie povrchu vzorky.

Príprava vzoriek na leštenie spočíva v pripevnení vzorky k držiaku pomocou dvoch skrutiek M4. Vzorky na elektrochemické leštenie musia byť bez zvyškov akýchkoľvek mastnôt, a teda aj odtlačkov prstov, pretože pôsobia negatívne na proces leštenia. Tieto vzorky musia preto byť vždy odmastené pred ich vložením do pracovnej nádoby. V prípade plazmového leštenia v elektrolyte prípadné zvyšky mastnôt z odtlačkov prstov nijakým spôsobom neovplyvnia samotný proces leštenia ani kvalitu lešteného povrchu, napriek tomu sa aj tieto vzorky pred vložením do pracovnej nádoby odmasťujú.

Pri leštení vzoriek je čas leštenia odmeriavaný pomocou elektronického časovača. Po uplynutí nastaveného času je zdroj elektrického prúdu vypnutý manuálne. Presnosť merania času je možné odhadnúť asi na 1 s. Teplota elektrolytu je zapisovaná vždy pri spustení procesu leštenia a po jeho ukončení, výslednou hodnotou teploty elektrolytu je aritmetický priemer týchto hodnôt. Pri plazmovom leštení je teplota elektrolytu meraná zabudovaným snímačom teploty a hodnota teploty je zobrazená na displeji riadiacej jednotky zariadenia s rozlíšením 0,5 °C. Pri elektrochemickom leštení sa na meranie teploty elektrolytu používa liehový teplomer s rozlišovacou schopnosťou 0,1 °C, ktorý je trvale upevnený v priestore pracovnej nádoby.

Napätie pri elektrochemickom leštení je merané priamo na elektródach elektrolytického obvodu, aby sa vylúčil vplyv úbytku napätia na prívodoch elektrického prúdu a vplyv prechodového odporu na kontaktoch medzi držiakom vzorky a anódovou tyčou a kontaktmi medzi katódovými tyčami a katódami. Úbytok napätia na týchto častiach elektrického obvodu je úmerný hodnote pretekajúceho prúdu a táto skutočnosť môže negatívne ovplyvniť presnosť nameraných hodnôt. Napätie pri leštení bolo merané digitálnym voltmetrom s rozlišovacou schopnosťou 0,01 V. Hodnota elektrického prúdu prechádzajúca elektrolytickým obvodom je meraná digitálnym multimetrom ako úbytok napätia na bočníku, ktorý je súčasťou zdroja jednosmerného prúdu. Použitý multimeter umožňuje merať hodnotu elektrického prúdu s rozlišovacou schopnosťou 0,001 A. Meraná hodnota prúdu sa odčítava z meracieho prístroja vždy až po ustálení jej hodnoty. Z nameraných hodnôt elektrického prúdu je vypočítaná hustota elektrického prúdu na anóde ako podiel hodnoty prúdu a súčtu plochy povrchu vzorky a ponorenej časti držiaka. Pri plazmovom leštení vzoriek je hodnota napätia na elektródach elektrolytického obvodu nemenná, a pri konštantnej teplote elektrolytu je aj hodnota anódovej hustoty prúdu nemenná. Hodnotu prúdu a napätia pri plazmovom leštení je možné merať multimetrom na meracích svorkách zariadenia k tomu určených.

Po leštení či už elektrochemickom, alebo plazmovom je potrebné leštený povrch zbaviť zvyškov elektrolytu a prípadných chemických povlakov. Zvyšky elektrolytu sa odstraňujú oplachom v bežnej úžitkovej vode a následne je vzorka ponorená do 10 % roztoku kyseliny chlorovodíkovej na dobu 5 až 10 sekúnd. Takýmto spôsobom sú odstránené všetky vodou ťažko rozpustné splodiny chemických reakcií vznikajúcich počas procesu leštenia, ktoré sa môžu vyskytnúť na leštenom povrchu. Nasleduje opäť oplach v prúde úžitkovej vody a povrch vzorky je následne umytý v horúcej vode s prídavkom saponátu. Po ďalšom oplachu v demineralizovanej vode je povrch vzorky vysušený pomocou mikrovláknovej textílie.

So vzorkou je nutné pri týchto dokončovacích operáciách manipulovať v ochranných rukaviciach, aby nebol povrch kontaminovaný odtlačkami prstov. Tie by mohli negatívne ovplyvniť odrazivosť povrchu pre svetelné lúče, a tým aj namerané hodnoty lesku.

3.7.2 Parametre a podmienky pri leštení

Pri plazmovom leštení vzoriek v elektrolyte sa vzorky leštia štandardným postupom pri optimalizovaných parametroch procesu v 6 % vodnom roztoku elektrolytu NRZ1. Riadiaca jednotka technologického zariadenia je vybavená vlastným časovačom, ale na zvýšenie presnosti odmeriavania času leštenia bol použitý samostatný elektronický časovač. Pri každom individuálnom leštení vzorky sa táto nachádza v geometrickom strede pracovnej nádoby, ktorá zároveň slúži ako druhá elektróda – katóda. Teplo uvoľňujúce sa pri procese leštenia zohrieva elektrolyt v okolí lešteného objektu. Teplo z priestoru pracovnej nádoby musí byť intenzívne odvádzané nútenou cirkuláciou elektrolytu. Elektrolyt ochladený vo výmenníku tepla je privádzaný do spodnej časti nádoby pod difúzor zabraňujúci vzniku turbulentných vírov v pracovnej nádobe. Prehriaty elektrolyt preteká cez horný okraj pracovnej nádoby a je odvádzaný na vstup výmenníka tepla. Chladenie elektrolytu je ovládané regulačným obvodom na základe údajov zo snímača teploty elektrolytu umiestneného v pracovnej nádobe. Teplota elektrolytu je pri experimentoch v rámci práce udržiavaná na hodnote 65 °C.

Pri elektrochemickom leštení vzoriek je voľba vhodných parametrov procesu zložitejšia. Hlavnými parametrami procesu sú teplota elektrolytu a napätie na elektródach, od hodnoty ktorého závisí prúdová hustota na anóde. Túto závislosť popisuje voltampérová charakteristika konkrétneho elektrolytického obvodu. V literárnych zdrojoch, v ktorých je udané zloženie elektrolytu, sa pracovná oblasť parametrov uvádza buď ako odporučená oblasť napätia, alebo častejšie ako odporučená oblasť hodnôt prúdovej hustoty na anóde. V niektorých prípadoch nie je uvedená priamo hodnota napätia na elektródach, ale určitá konkrétna oblasť na voltampérovej charakteristike. Autori článku (41) uvádzajú, že najvhodnejšia oblasť pre elektrochemické leštenie je na vodorovnej časti voltampérovej charakteristiky (viď. obr. 1.4). Naopak, v článku (2) sa uvádza, že pri praktickom leštení je vhodnejšie napätie s mierne vyššou hodnotou, ktoré sa už nachádza za týmto úsekom voltampérovej charakteristiky. Konkrétnu hodnotu napätia je možné pre tieto prípady stanoviť len na základe známej voltampérovej charakteristiky pre dané zloženie elektrolytu a materiál elektród. Preto prvou úlohou v rámci experimentálnych prác sú merania na získanie voltampérovej charakteristiky (viď. časť 5.2). Je známe, že teplota elektrolytu výrazne ovplyvňuje jej vodivosť, preto bola zostrojená voltampérová charakteristika pri rôznych teplotách elektrolytu. Na základe týchto poznatkov bola

stanovená hodnota napätia pre leštenie vzoriek 2,3 V, nachádzajúca sa na vodorovnej oblasti (oblasť nelinearity) voltampérovej charakteristiky. Ďalšia hodnota napätia, pri ktorej sa budú vzorky tiež leštiť, bola zvolená 3,0 V. Je to hodnota, ktorá leží tesne nad oblasťou vodorovnej časti voltampérovej charakteristiky. Ako je to uvedené vyššie, niektoré pramene predpisujú pre leštenie vyššie hodnoty napätia, pri ktorých je prúdová hustota na anóde rádovo vyššia než pri hodnotách napätia 2,3 v a 3,0 V. Na elektrolyt zhodného zloženia sa v (74) uvádza odporučená prúdová hustota v rozsahu 30 až 60 $A.dm^{-2}$. Aby bolo možné zistiť vlastnosti elektrochemického procesu pri leštení v tejto oblasti parametrov bolo rozhodnuté, že pri týchto parametroch sa bude v rámci experimentálnych prác leštiť ďalšia vzorka. Bola zvolená hodnota prúdovej hustoty 40 $A.dm^{-2}$, ktorá sa bude počas leštenia udržiavať na konštantnej hodnote. Pri tejto prúdovej hodnote nastáva v priebehu leštenia už mierny ohrev elektrolytu, čo vedie k samovoľnému zvyšovaniu prúdovej hustoty. Preto sa musí počas experimentov hodnota prúdovej hustoty priebežne udržiavať na konštantnej hodnote regulovaním napätia na elektródach elektrolytického obvodu pomocou autotransformátora. Samovoľný ohrev elektrolytu bol zároveň dôvodom, prečo bola zvolená prúdová hustota z oblasti nižších hodnôt odporúčaného rozsahu. Pri vyšších hodnotách prúdovej hustoty by bolo nutné elektrolyt kontinuálne ochladzovať, k tomu potrebné technické zariadenie ale nie je k dispozícii. Za účelom poznania procesu sa rozhodlo, že do experimentov s elektrochemickým leštením sa zahrnie ešte leštenie ďalšej vzorky pri prúdovej hustote s hodnotou nižšou, ako je v literatúre odporúčaný rozsah hodnôt. Hodnota anódovej prúdovej hustoty pre túto vzorku sa stanovila na 20 $A.dm^{-2}$. Na skúmanie procesu elektrochemického leštenia sa teda použijú 4 vzorky leštené pri parametroch zhrnutých do tabuľky tab. 3.4.

Teplota elektrolytu by sa podľa pôvodného prameňa (74) mala pohybovať na teplote 40 °C. Prvé praktické skúsenosti s technológiou elektrochemického leštenia priniesli poznatok, že zvyšujúcou sa teplotou elektrolytu narastá množstvo elektrolytu, ktoré sa formou aerosólu uvoľňuje z hladiny elektrolytu a pokrýva zariadenie žieravou vrstvou v blízkom okolí pracovnej nádoby. Tvorbu aerosólu zrejme spôsobuje únik bublín vodíka a kyslíka na hladinu elektrolytu. Tento jav je možné vysvetliť tým, že pri vyššej teplote je viskozita roztoku nižšia a pri prasknutí bubliny plynu na hladine sa do ovzdušia dostane väčšie množstvo elektrolytu. Rozptyľovanie kvapôčok elektrolytu do okolia začína byť vizuálne pozorovateľné už pri teplotách elektrolytu okolo 50 °C. Z uvedeného dôvodu bola pre experimentálne práce v rámci riešenia predkladanej práce stanovená teplota elektrolytu pri elektrochemickom leštení na 40 °C.

NAVRHNUTÉ PARAMETRE PRE ELEKTROCHEMICKÉ LEŠTENIE VZORIEK Tabuľka 3.4

Vzorka č.	**Napätie na elektródach (V)**	**Prúdová hustota na anóde ($A.dm^{-2}$)**
200	2,30	X
201	3,00	X
240	X	20
62	X	40

4 EXPERIMENTÁLNE SKÚMANIE TECHNOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ PROCESU ELEKTROCHEMICKÉHO LEŠTENIA

S technológiou elektrochemického leštenia doteraz neboli na riešiteľskom pracovisku žiadne praktické skúsenosti, preto bolo potrebné informácie získané z odbornej literatúry doplniť poznatkami z vlastných experimentov. Cieľom tohto snaženia je stanovenie vhodného technologického postupu pre leštenie vzoriek, ktoré budú použité na porovnanie technologických vlastností elektrochemického leštenia a plazmového leštenia v elektrolyte. Prvým krokom pri tom je voľba vhodného pracovného roztoku – elektrolytu, a následne stanovenie optimálnych parametrov elektrochemického procesu z hľadiska vyhodnocovaných parametrov lešteného povrchu.

4.1 Voľba chemického zloženia elektrolytu

Elektrolyty sú elektricky relatívne dobre vodivé kvapaliny, nazývané tiež ako vodiče 2. triedy. Sú to zvyčajne roztoky kyselín, zásad a solí. Na elektrochemické leštenie antikoróznych ocelí sa používajú pracovné roztoky – elektrolyty, s rôznym chemickým zložením. Existuje viacero komerčne dostupných roztokov vyvinutých na priemyselné aplikácie, pri ktorých ale zloženie nie je zvyčajne známe. Aby bolo možné presne definovať podmienky pri experimentoch v rámci tejto práce, bolo rozhodnuté, že sa použije elektrolyt pripravený v laboratóriu, s chemickým zložením zvoleným na základe informácií dostupných v literatúre.

Z literatúry bolo známe, že používané elektrolyty sa delia na skupiny s neohraničeným a ohraničeným časom používania. V elektrolytoch s neohraničeným časom použitia sa vznikajúce soli usadzujú v odkaľovacom priestore leštiacej nádrže. Tieto elektrolyty neobsahujú šesťvalenčný chróm. V elektrolytoch druhej skupiny soli zostávajú rozpustené v elektrolyte. Práve táto skutočnosť má vplyv na postupnú zmenu chemického zloženia elektrolytu a postupnú degradáciu leštiaceho procesu. Tieto elektrolyty obsahujú 6-valenčný chróm, v priebehu leštenia dochádza k jeho redukcii na 3-valenčný chróm a po určitej dobe, keď je už väčšina chrómu v 3-valenčnej forme sa elektrolyt likviduje a nahrádza novým (4, 9).

Podľa autorov (2, 3, 4, 9, 16 18, 74, 76, 77) sa ako elektrolyt na elektrochemické leštenie antikoróznych ocelí používajú najmä zmesi koncentrovaných kyselín a doplnkového množstva vody. Z kyselín má podstatné zastúpenie kyselina fosforečná, sírová, chloristá, octová, ale aj kyselina citrónová. Elektrolyty s kyselinou fosforečnou, sírovou, prípadne s prísadou alkoholu, éterov alebo kyseliny mliečnej pracujú pri teplotách okolo 65 až 80 °C a aplikované napätie je do 25 V. Elektrolyty s kyselinou chloristou si vyžadujú vyššie elektrické napätie medzi

elektródami (aj nad 45 V) a ich teplota nemá prekročiť hranicu 30 °C. V niektorých prípadoch sú elektrolyty založené na báze glycerolu alebo môžu obsahovať prídavok oxidu chrómového (4). V prípade, že použitý elektrolyt nie je na báze koncentrovaných kyselín, môže sa skladať z iónových kvapalín v zložení etylén glykol (EG – $C_2H_4(OH)_2$) a cholín chlorid (ChCl – $C_5H_{14}ClNO$) (19, 81).

Pre naše potreby sme sa snažili vyhnúť príprave elektrolytu na báze kyseliny chloristej, pretože pri kontaminácii organickými látkami je elektrolyt výbušný. Výbušné po prehriatí môžu byť aj elektrolyty s pridaním glycerolu. Z hľadiska škodlivosti na ľudský organizmus a okolité prostredie sme tiež zamietli pracovné elektrolyty na báze oxidu chrómového. Snažili sme sa vyberať elektrolyty, ktoré sa skladajú iba z H_3PO_4, H_2SO_4 a H_2O, a hlavný dôvod bol, že väčšina nájdených literárnych prameňov (či už novšie alebo staršie) sa prezentuje výsledkami dosiahnutými v elektrolytoch tohto zloženia. Kyselina fosforečná zaisťuje pomalé a jednotné rozpúšťanie pri vhodných pracovných podmienkach bez vznikajúcej korózie, erózie a oxidácie, kým kyselina sírová zvyšuje efektivitu prúdovej hustoty. V tab. 4.1 sú na základe publikovaných informácií uvedené niektoré zloženia elektrolytov, ktoré sa používajú na leštenie antikoróznych ocelí.

Pre naše potreby bol zvolený roztok v zložení 64 % H_3PO_4, 13% H_2SO_4 a 23% H_2O (74), ktorý má odporúčanú pracovnú teplotu 40 °C. Prúdová hustota by sa mala pohybovať v rozmedzí 30 až 60 $A.dm^{-2}$ a čas leštenia je cca 7 minút. Tento roztok nás zaujal najmä z dôvodu odporúčanej nízkej prevádzkovej teploty, z ktorej vyplývajú výhody nenáročnosti zariadenia na inštaláciu výkonného ohrievacieho zariadenia a nižšie straty elektrolytu z dôvodu vyparovania.

Veľkosť pracovnej nádoby je 400×230×230 mm, čo predstavuje objem približne 21 litrov. Aby nádoba nebola naplnená elektrolytom celkom po okraj, tak bolo namiešaných 17 litrov elektrolytu. Z predpísaného percentuálneho pomeru jednotlivých zložiek je prepočet na objemové jednotky pre 17 litrov nasledovný:

· H_3PO_4 - 10,88 litra,

· H_2SO_4 - 2,21 litra,

· H_2O - 3,91 litra.

POUŽÍVANÉ ZLOŽENIE ELEKTROLYTOV NA ELEKTROCHEMICKÉ LEŠTENIE ANTIKORÓZNEJ OCELE

Tabuľka 4.1

Č.	Zložka	Zastúpenie (hm. %)	*T* (°C)	*i* (A.dm-2)	*U* (V)	Čas *t* (min)	Lit. zdroj
1	Kyselina citrónová H_2SO_4 H_2O	55 až 60 15 až 20 zostatok	60 až 90	8 až 65	–	–	(4)
2	H_3PO_4 H_2SO_4 H_2O	30 60 10	50	180	–	–	(4)
3	H_3PO_4 glycerol H_2O	42 45 13	90 až 150	10 až 60	–	–	(4)
4	H_2SO_4 H_2O	73 27	22	100 až 300	–	–	(4)
5	H_3PO_4 H_2SO_4 CrO_3 H_2O	65 15 6 14	22 až 25	20 až 25	–	–	(4)
6	H_3PO_4 H_2SO_4 H_2O	40 40 20	80	50	–	5	(9)
7	H_3PO_4 H_2SO_4 H_2O	50 20 30	40 až 60	8 až 20	–	Až 7	(2)
8	H_3PO_4 H_2SO_4 H_2O	64 13 23	40	30 až 60	–	7	(74)
9	H_3PO_4 H_2SO_4	70 30	80	–	2,1	10	(77)
10	H_3PO_4 glycerol	48 52	90 až 95	–	10 až 12	–	(77)
11	H_3PO_4 H_2SO_4	66 34	70	–	2,3	–	(76, 79)
12	H_3PO_4 H_2SO_4	75 25	60 až 80	–	2,3	–	(76)
13	H_3PO_4 H_2SO_4 $C_2H_4O_3$* $RS(=O)_2$-OH** H_2O	44 25 13 10 8	85	62	8	8	(80)
14	H_3PO_4 H_2SO_4 glycerol	50 25 25	30 resp. 80	50	–	5 až 10	(3)
15	H_3PO_4 H_2SO_4	80 20	70	–	–	–	(41)
16	$C_2H_4(OH)_2$ $C_5H_{14}ClNO$	67 33	–	–	–	–	(81)

* Kyselina glykolová; ** Kyselina sulfónová

Elektrolyt sa pripravil naliatím kyseliny fosforečnej (H_3PO_4) do pracovnej nádoby. Následne sa pridala príslušná dávka vody a nakoniec sa tenkým prúdom vliala kyselina sírová (H_2SO_4). Pre prípad neželaného úniku kyselín pri príprave leštiaceho roztoku, resp. počas prevádzky zariadenia bol namiešaný neutralizačný roztok uhličitanu sodného (Na_2CO_3) a vody v pomere 1:12.

4.2 Voltampérová charakteristika

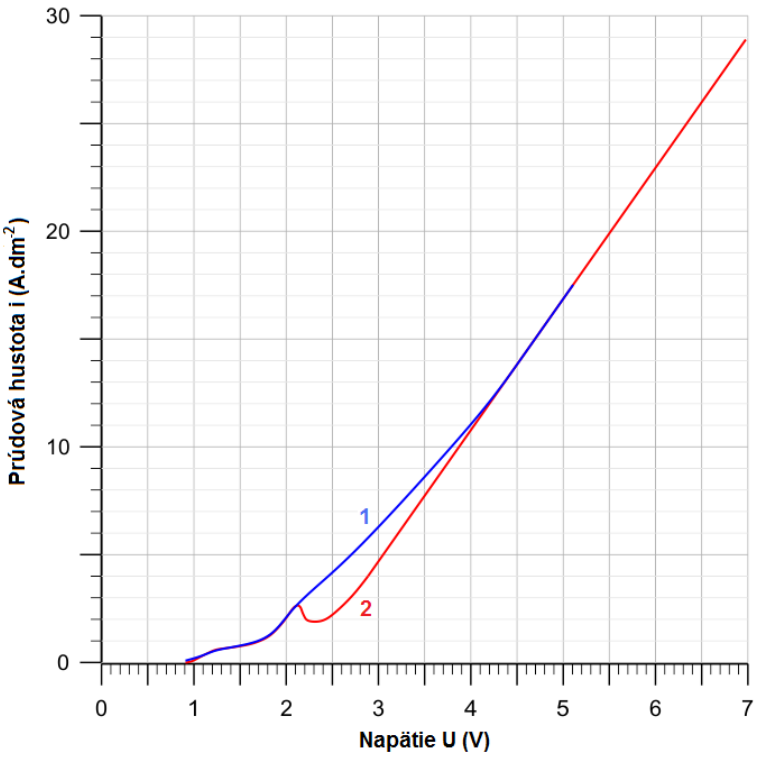
Elektrické vlastnosti elektrolytického obvodu určuje jeho voltampérová charakteristika, t.j. závislosť hustoty elektrického prúdu pretekajúcim elektrolytickým obvodom od napätia na elektródach obvodu. Táto závislosť je pre rôzne druhy elektrolytických obvodov rozdielna, závisí napríklad od chemického zloženia elektrolytu, od jeho koncentrácie, teploty, materiálu elektród. Prechod elektrického prúdu cez elektrolyt vyvoláva chemické reakcie v elektrolyte, pričom postupné zvyšovanie napätia na elektródach môže mať nielen kvantitatívne, ale aj kvalitatívne účinky na prebiehajúci proces (34, 35). Ako najvýhodnejšiu oblasť parametrov pre elektrochemické leštenie kovových povrchov uvádzajú niektorí autori (3, 41, 74) istú definovanú oblasť na voltampérovej charakteristike. Z uvedeného dôvodu je potrebné poznať reálny priebeh voltampérovej charakteristiky pre konkrétne chemické zloženie elektrolytu a použitý materiál elektród.

Voltampérová charakteristika elektrolytu, ktorý bude použitý na experimentálne práce v rámci predloženej práce, bola zostrojená z nameraných hodnôt, ktoré boli zmerané v čerstvo pripravenom elektrolyte. To neskôr umožní stanoviť aj vplyv stupňa vyčerpanosti elektrolytu po jeho dlhodobom využívaní na priebeh voltampérovej charakteristiky. Anóda aj katódy boli vyrobené z austenitickej antikoróznej ocele CrNi 18/8, plošný obsah ponorenej časti anódy bol 2,00 dm^2.

Postup pri meraní bodov voltampérovej charakteristiky bol nasledovný: pomocou autotransformátora bola postupne, po určitých krokoch zvyšovaná hodnota napätia na výstupe zdroja jednosmerného prúdu, pre každú nastavenú hodnotu napätia bola do tabuľky zapísaná nameraná hodnota elektrického prúdu a napätia. Hodnota elektrického prúdu prechádzajúceho elektrolytickým obvodom bola meraná digitálnym multimetrom ako úbytok napätia na bočníku, ktorý je súčasťou zdroja jednosmerného prúdu. Napätie bolo merané digitálnym multimetrom priamo na elektródach elektrolytického obvodu, aby sa vylúčil vplyv prechodových odporov. Po každej zmeranej dvojici hodnôt prúdu a napätia sa hodnota napätia na elektródach zvýšila o zvolený krok (0,2 V až 0,4 V), zdroj jednosmerného prúdu bol vypnutý, anóda sa z elektrolytu

vytiahla a zvyšky pasivačného filmu priľnuté k povrchu anódy boli mechanicky odstránené. Tento postup zaistil, že ak pri danom napätí na elektródach dochádzalo k tvorbe pasivačného filmu, tento film sa musel pri každej meranej hodnote napätia opätovne obnovovať. Inými slovami, žiaden meraný bod na voltampérovej charakteristike nebol ovplyvnený meraním v predchádzajúcom kroku. Pri napätiach, pri ktorých sa na anóde vytváral pasivačný film, hodnota prúdu postupom času klesala v dôsledku postupného nárastu hrúbky filmu, a tým narastal aj jej elektrický odpor. Preto sa pre každú meranú hodnotu napätia zapisovali dve hodnoty elektrického prúdu: hodnota prúdu v okamžiku pripojenia napätia na elektródy a hodnota prúdu po ustálení.

Na obr. 4.1 je zobrazená voltampérová charakteristika elektrolytického obvodu elektrolytu s teplotou 40 °C. Priebeh 1, zobrazený modrou čiarou predstavuje hodnoty prúdovej hustoty zmerané okamžite po zopnutí zdroja jednosmerného prúdu, priebeh 2 zobrazený červenou čiarou predstavuje ustálené hodnoty prúdovej hustoty. Časový interval tvorby pasivačného filmu, a teda aj ustálenia hodnoty prúdu, je rôzne dlhý, závisí od napätia na elektródach tak, ako to bude analyzované neskôr. Na obr. 4.1 vidieť, že stacionárny (časovo nemenný) variant voltampérovej charakteristiky už nemá monotónne stúpajúci priebeh. Priebeh kriviek pre najnižšie hodnoty napätia je v oboch prípadoch zhodný. V dôsledku galvanickej polarizácie elektród začína elektrický prúd pretekať elektrolytickým obvodom až po prekonaní určitej minimálnej hodnoty napätia. Táto hodnota napätia sa vo fyzike označuje ako rozkladné napätie. Galvanická polarizácia elektród je spôsobená chemickými zmenami povrchu elektród počas elektrolýzy a závisí od materiálu elektród, chemického zloženia a teploty elektrolytu, od hustoty elektrického prúdu a od doby, počas ktorej elektrický prúd prechádzal roztokom (32, 33). Po dosiahnutí určitej hodnoty napätia, v danom prípade 2,220 V, sa začína na anóde tvoriť viskózna vrstva pasivačného filmu. Pod touto hranicou tvorenia pasivačného filmu neprebieha proces leštenia, ale proces leptania povrchu anódy.

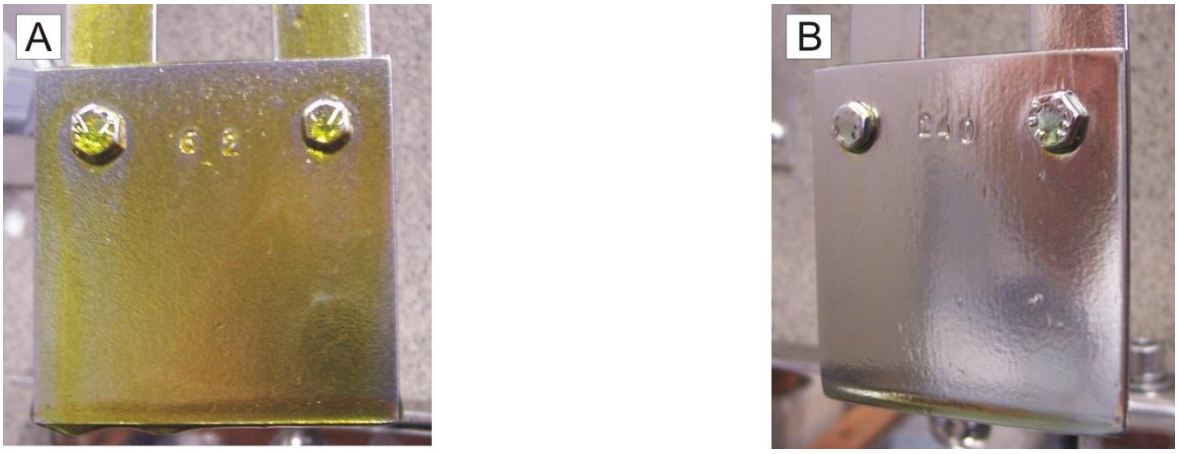


Obr. 4.1 *Voltampérová charakteristika pre zvolený elektrolyt pri teplote 40 °C, priebeh 1 – merané hodnoty okamžite po zopnutí prúdového zdroja, priebeh 2 – ustálené hodnoty prúdovej hustoty*

Ďalším zvyšovaním napätia zrejme rastie hrúbka pasivačného filmu, tým narastá jej elektrický odpor, čo postupne vedie k poklesu prúdovej hustoty. Pri hodnote napätia, kedy sa začína tvoriť pasivačný film, vykazuje voltampérová charakteristika lokálne maximum. Počas nárastu hrúbky pasivačného filmu hodnota prúdu klesá, po dosiahnutí určitej hrúbky filmu sa prúdová hustota ustáli na hodnote danej polohou lokálneho minima na obr. 4.1. V literatúre (2, 3, 41) sa uvádza, že na tejto časti voltampérovej charakteristiky by mal existovať vodorovný úsek, keď sa prúdová hustota zvyšovaním napätia na elektródach v podstate nemení. V tejto oblasti vykazuje pasivačný film najväčšiu hrúbka a najvyššiu stabilitu. Na presné vykreslenie tejto časti voltampérovej charakteristiky by bolo potrebné namerať v tomto úseku, širokom niekoľko desatín voltov, väčšie množstvo bodov, čo je vzhľadom na použitý spôsob regulácie napätia na elektródach prakticky nemožné. Meniť hodnotu napätia s menším krokom by bolo možné použitím elektronického stabilizovaného zdroja napätia, ktorým ale riešiteľské pracovisko nedisponuje.

Pri elektrolýze sa na anóde uvoľňujú bublinky kyslíka a v dôsledku gravitácie stúpajú k hladine elektrolytu. Pohyb bublín cez pasivačný film spôsobuje jeho mechanické rozrušovanie, čo vedie k poklesu jeho hrúbky. Zvyšovaním napätia na elektródach sa tento spontánny

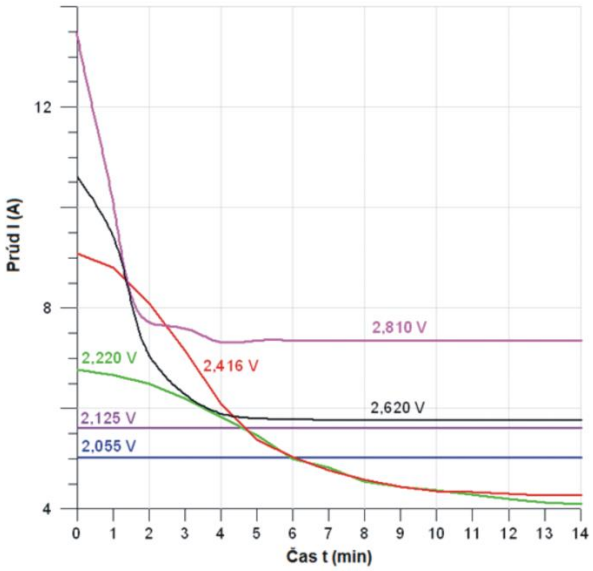
únik bublín kyslíka intenzifikuje. Proces tvorby kyslíkových bublín a proces tvorby pasivačného filmu sa po určitom čase dostáva do rovnováhy, čomu zodpovedá určitá ustálená hrúbka filmu (41). Zvyšovaním napätia na elektródach hrúbka pasivačného filmu klesá, a tým aj jeho vplyv na priebeh voltampérovej charakteristiky – priebehy 1 a 2 sa zvyšujúcim napätím vzájomne približujú. Na obr. 4.2 vidieť leštené vzorky po ich vybratí z elektrolytu. Na vzorke leštenej pri nižšom napätí vidieť zvyšky viskózneho pasivačného filmu pevne lipnúce na povrchu (obr. 4.2a), zatiaľ čo na povrchu vzorky leštenej pri vyššom napätí zvyšky pasivačného filmu nie sú viditeľné (obr. 4.2b). V oboch prípadoch mal elektrolyt teplotu 40 °C a čas leštenia bol 5 minút.



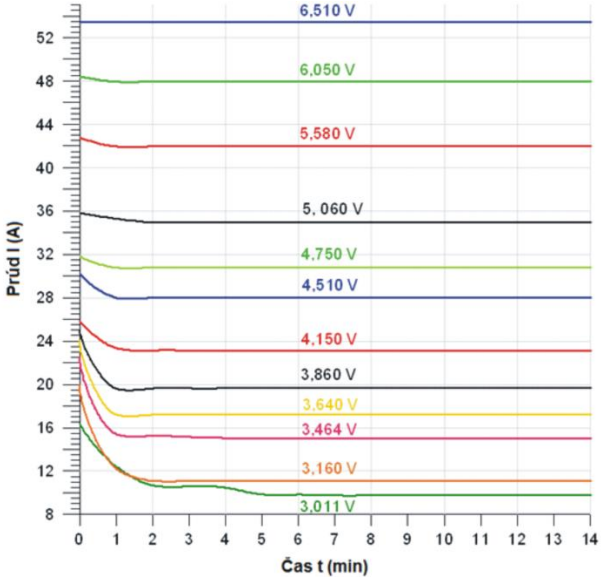
Obr. 4.2 *Zostatok pasivačného filmu na vzorke po 5 minútach elektrochemického leštenia v elektrolyte s teplotou 40 °C*
A – napätie 2,3 V, B – napätie 7,5 V

Proces tvorby pasivačného filmu trvá istý čas. Dĺžka tohto časového úseku sa začína v okamžiku, keď elektrolytickým obvodom začne pretekať elektrický prúd a končí sa po ustálení jej hodnoty, teda vtedy, keď hrúbka filmu už nenarastá. Čas tvorby pasivačného filmu závisí od hodnoty napätia na elektródach a táto závislosť bola experimentálne skúmaná. Potrebné hodnoty boli získané počas merania hodnôt konštrukcie voltampérovej charakteristiky. V momente zopnutia zdroja jednosmerného prúdu boli spustené stopky a zapísala sa okamžitá hodnota elektrického prúdu. Ďalšia hodnota prúdu bola zapísaná po uplynutí každej minúty až do doby, kým sa meraná hodnota neustálila. Pre každú meranú hodnotu napätia na voltampérovej charakteristike v oblasti, kde dochádza k tvorbe pasivačného filmu, bolo takto k dispozícii niekoľko hodnôt elektrického prúdu. Grafická reprezentácia získaných údajov je na obr. 4.3 a 4.4. Z dôvodu lepšej prehľadnosti boli časové závislosti prúdovej hustoty pre jednotlivé napätia rozdelené do dvoch obrázkov. Na obr. 4.3 sú zobrazené závislosti pri nižších napätiach. Vidieť, že najdlhší interval ustálenia hodnoty prúdu je pri

hodnote napätia 2,22 V, t.j. pri minimálnej hodnote napätia potrebného na tvorbu pasivačného filmu. Hrúbka filmu sa ustáli na svojej konečnej hodnote až po 14 minútach a hodnota prúdovej hustoty klesá po tomto čase na 59 % svojej pôvodnej hodnoty. Všetky uvádzané hodnoty platia pre elektrolyt s teplotou 40 °C. Zvýšením napätia nad hodnotu 2,22 V klesá čas potrebný na ustálenie hodnoty elektrického prúdu, hoci percentuálny pokles jej hodnoty narastá. Pri hodnote napätia 2,416 V klesne prúdová hustota zo svojej pôvodnej hodnoty 9,08 A.dm^2 na hodnotu 4,27 A.dm^2, teda o 53 %. Pri ďalšom zvýšení napätia na elektródach sa síce zvyšuje rýchlosť tvorby pasivačného filmu a hodnota elektrického prúdu sa ustáli za kratší čas, ale narastá rozdiel medzi jej pôvodnou a ustálenou hodnotou. Pokles prúdu pri napätí 2,62 V je o 45 % a pri napätí 2,81 V je tiež o 45 %. V tejto oblasti napätia vykazuje elektrolytický obvod po ustálení prúdu záporný dynamický odpor, teda zvyšovaním napätia na elektródach hodnota prúdu klesá alebo sa nemení. Po zvýšení napätia nad určitú hodnotu, v tomto prípade na 3,01 V, smernica krivky voltampérovej charakteristiky mení svoju hodnotu na kladnú, čo je spôsobené klesajúcim rozdielom medzi pôvodnou a ustálenou hodnotou prúdovej hustoty. Ďalším nárastom napätia na elektródach sa urýchľuje tvorba stacionárneho pasivačného filmu a zároveň sa znižuje jeho hrúbka. Pri hodnote napätia 6,51 V je už hrúbka pasivačného filmu taká malá, že nie je možné prakticky pozorovať pokles prúdovej hustoty. Závislosť času ustálenia hodnoty prúdu od vyššej hodnoty napätia na elektródach je uvedená na obr. 4.4.



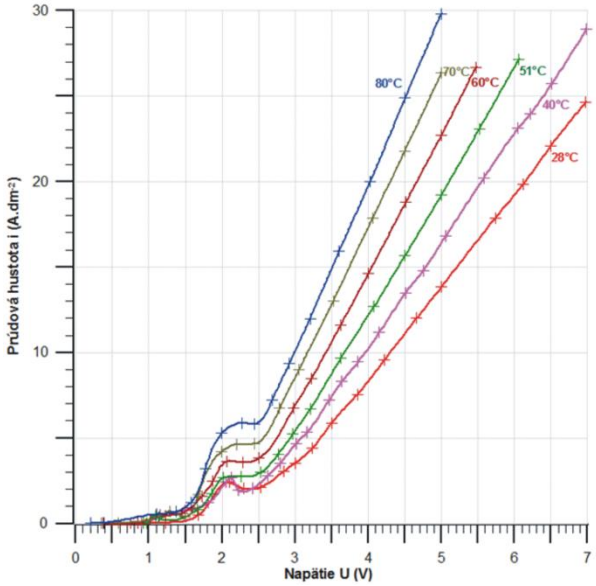
Obr. 4.3 *Časové závislosti prúdovej hustoty jednotlivých napätí pre nižšie napätia*



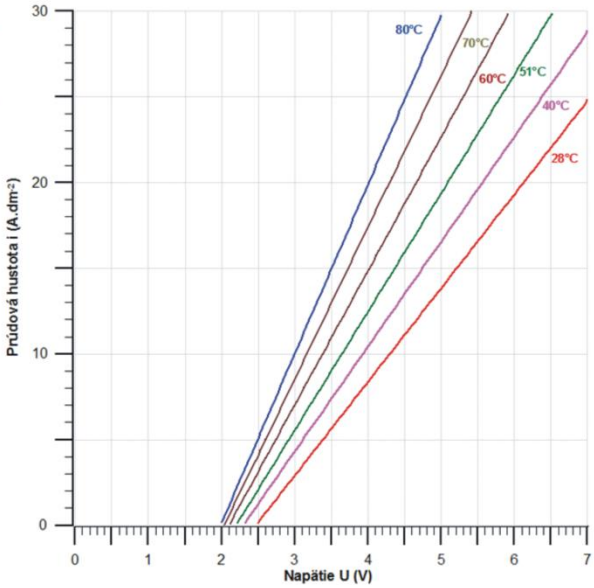
Obr. 4.4 *Časové závislosti prúdovej hustoty jednotlivých napätí pre nižšie napätia*

4.3 Teplotná závislosť voltampérovej charakteristiky

Meniacou sa teplotou elektrolytu sa menia aj jeho fyzikálne vlastnosti ako dynamická viskozita a hustota. Zmena viskozity prostredia má za následok zvýšenie pohyblivosti nosičov elektrického náboja – aniónov a katiónov, a vedie k zvýšeniu vodivosti elektrolytu. To sa prejaví aj na priebehu voltampérovej charakteristiky elektrolytického obvodu. Aby bolo možné túto závislosť definovať, boli experimentálne zistené priebehy voltampérových charakteristík pri ďalších teplotách elektrolytu: 28 °C, 51 °C, 60 °C, 70 °C a 80 °C. Postup merania bol taký istý, ako je to popísané vyššie s tým rozdielom, že sa počas merania zapisovali len ustálené hodnoty elektrického prúdu. Grafické zobrazenie získaných priebehov je na obr. 4.5, kde vidieť, že zvýšenie teploty vedie k zvýšeniu prúdovej hustoty v každej časti voltampérovej charakteristiky, ale hodnota napätia pri ktorom sa začína tvoriť pasivačný film sa prakticky nemení, podobne ani hodnota napätia, pri ktorom smernica krivky nadobúda kladnú hodnotu.



Obr. 4.5 *Priebehy voltampérovej charakteristiky pre rôzne teploty elektrolytu*



Obr. 4.6 *Priamky preložené cez lineárne časti voltampérových charakteristík*

Ak leštenie prebieha pri vyššej prúdovej hustote, merať túto hodnotu je problematické, ak nepoznáme presne plošný obsah povrchu leštených objektov vrátane ponorenej časti držiakov. Oveľa praktickejšie je vypočítať hodnotu napätia na elektródach pre požadovanú prúdovú hustotu so zreteľom na skutočnú teplotu elektrolytu. V týchto prípadoch sa pracovný bod procesu nachádza na lineárnej časti voltampérovej charakteristiky, preto môžeme reálne krivky voltampérovej charakteristiky nahradiť priamkami, ktoré môžeme popísať rovnicami v tvare:

$$i = k.\,U + q\,. \qquad [5]$$

Na obr. 4.6 sú pre jednotlivé teploty elektrolytu zobrazené priamky získané regresnou analýzou a v tab. 4.2 sú uvedené koeficienty rovníc týchto priamok.

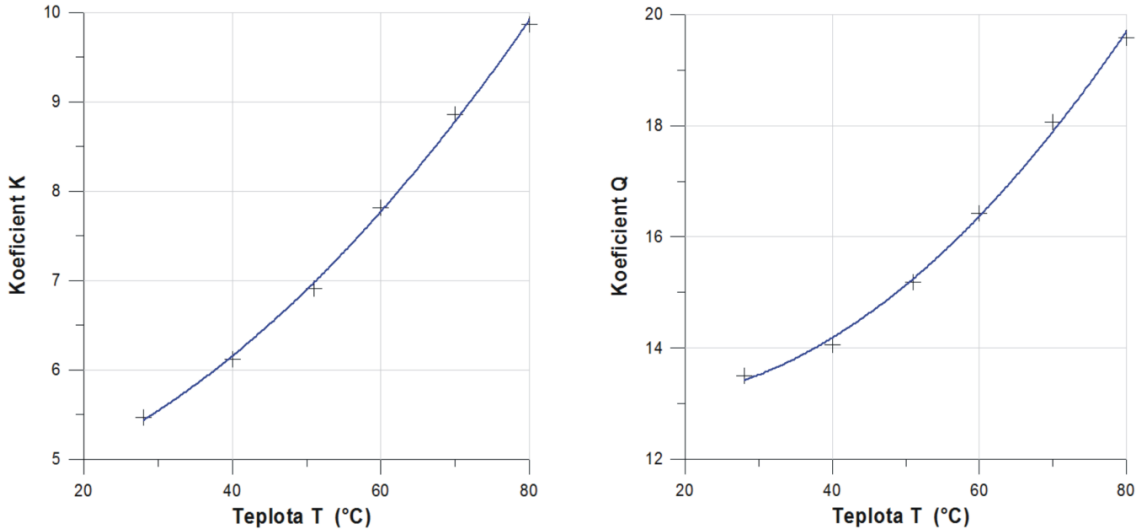
KOEFICIENTY ROVNÍC PRIAMOK NA Obr. 4.6

Tabuľka 4.2

Teplota (°C)	**Koeficient *k***	**Koeficient *q***
28	5,469	13,50
40	6,122	14,05
51	6,914	15,19
60	7,818	16,42
70	8,863	18,06
80	9,867	19,59

Ak v rovnici (5) nahradíme konštanty vzťahmi závislosti týchto hodnôt od teploty elektrolytu T, teda k = *f* (T) a q = *f* (T), získame tým matematické vyjadrenie závislosti prúdovej hustoty od napätia na elektródach a teploty elektrolytu:

$$i = f\,(U, T)\,. \qquad [6]$$



Obr. 4.7 *Funkčné závislosti koeficientu k a q od teploty elektrolytu T*

Na obr. 4.7 sú zobrazené priebehy závislostí k = *f* (T) a q = *f* (T), získané regresnou analýzou, pre ktoré platia nasledovné rovnice:

$$k = 4{,}4959 + 1{,}5190.10^{2}.\,T + 6{,}5774.10^{4}.\,T^{2}\ , \qquad [7]$$

$$q = 13{,}224 + 3{,}295.10^{2}.\,T - 1{,}4234.10^{4}.\,T^{2}\ . \qquad [8]$$

Po dosadení rovníc získaných regresnou analýzou [7] a [8] do rovnice priamky [5] získame vzťah závislosti prúdovej hustoty od napätia a teploty elektrolytu, ktorý bude mať tvar:

$$i = 13{,}224 + 4{,}4959.U + (1{,}5190.10^2.U + 3{,}295.10^2).T + (6{,}5774.10^4.U - 1{,}4234.10^4).T^2. \quad [9]$$

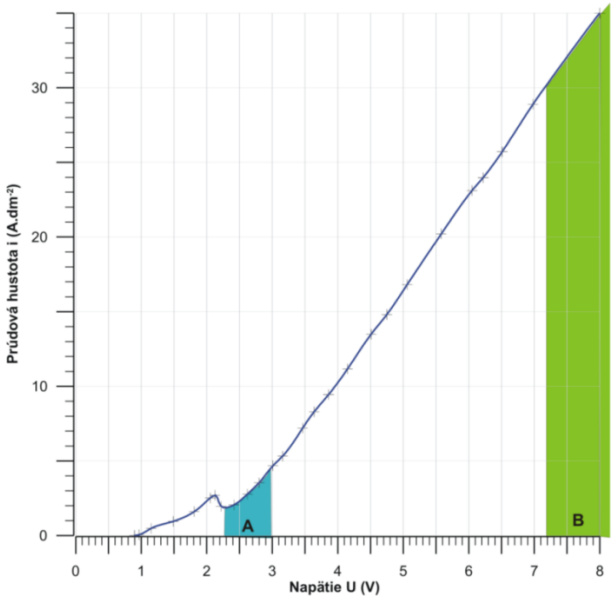
Ak chceme elektrochemicky leštiť pri určitej prúdovej hustote, zmeriame teplotu elektrolytu a hodnotu potrebného napätia na elektródach vypočítame podľa vzťahu:

$$U = i/[(4{,}4959 + 1{,}5190.10^2.\ T + 6{,}5774.10^4.\ T^2) + 13{,}224 + 3{,}295.10^2.\ T - 1{,}4234.10^4.\ T^2]\ . \quad [10]$$

Z praktického hľadiska je vhodné tento výpočet zautomatizovať buď využitím MS Excelu, alebo vytvorením jednoduchej aplikácie pomocou niektorého z programovacích jazykov. Ak sa pre leštenie používa elektronický zdroj jednosmerného prúdu, po jeho doplnení snímačom teploty elektrolytu a vhodným regulátorom by bolo možné pomocou vzťahu [10] automaticky kompenzovať teplotu elektrolytu a na regulátory priamo nastavovať želanú hodnotu prúdovej hustoty. Prirodzene, pre elektrolyt iného zloženia je potrebné vzťah [10] znova odvodiť.

4.4 Vlastnosti elektrochemického procesu leštenia

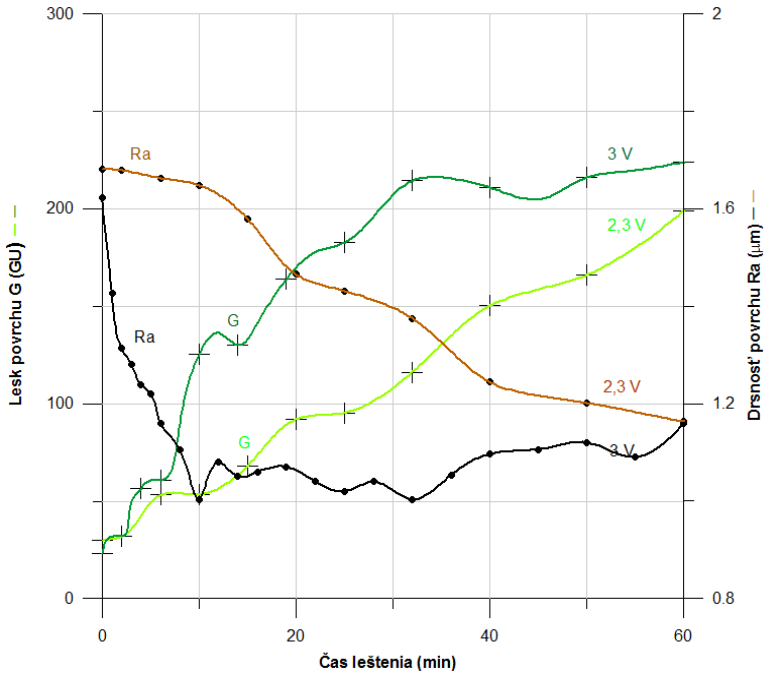
Na základe publikovaných informácií existujú dve oblasti účinného elektrochemického leštenia povrchu. Podľa (2, 3) sa jedna nachádza v oblasti nelinearity voltampérovej charakteristiky, resp. mierne za ňou – zóna nízkych napätí (obr. 4.8 oblasť A). Druhou je zóna vysokých prúdových hustôt (obr. 4.8 oblasť B), ktorá je odporúčaná podľa (74). Preto bolo potrebné overiť účinky elektrochemického leštenia v oboch oblastiach.



Obr. 4.8 *Voltampérová charakteristika s odporúčanými oblasťami parametrov*

4.4.1 *Vlastnosti procesu pri nízkych napätiach*

Podkladom na hodnotenie vlastností procesu elektrochemického leštenia boli experimentálne získané závislosti poklesu povrchovej drsnosti vzorky od času leštenia a závislosti nárastu úrovne lesku povrchu vzorky od času leštenia. Obr. 4.9 znázorňuje priebehy nameraných hodnôt drsností povrchu vzorky č. 62, leštenej pri 2,3 V a vzorky č. 200, leštenej pri 3,0 V. Tak isto obsahuje priebehy lesku povrchu obidvoch vzoriek.

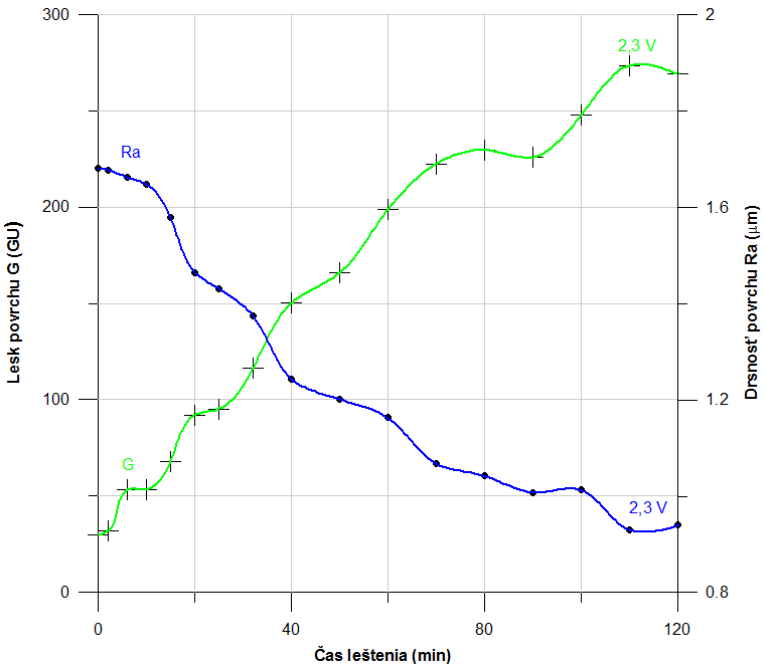


Obr. 4.9 *Grafický priebeh zmeny drsnosti a lesku povrchu po leštení napätím 2,3 V a 3,0 V v závislosti od času leštenia*

Pri vzorke leštenej pri napätí 3,0 V vidíme, že drsnosť povrchu spočiatku prudko klesá a po desiatich minútach leštenia dosahuje minimálnu hodnotu. Nižšiu hodnotu drsnosti lešteného povrchu už nie je možné dosiahnuť ani dlhodobým leštením. Po desiatich minútach leštenia drsnosť povrchu neklesá, naopak rýchlo stúpa a pri dvanástich minútach dosahuje lokálne maximum. Po ďalšom leštení nastáva cyklické stúpanie a klesanie hodnoty drsnosti, po 30 minútach leštenia sa hodnota drsnosti opäť blíži minimálnej dosiahnutej hodnote a po tomto čase leštenia nasleduje už len nárast povrchovej drsnosti. Je možné skonštatovať, že z hľadiska poklesu povrchovej drsnosti leštenie vzorky pri napätí 3,0 V dlhšie než 10 minút neprináša žiadny praktický význam. Jedným z výsledkov experimentu je prekvapujúci poznatok, že proces elektrochemického leštenia pri tomto napätí nie je schopný vyhladiť povrch na drsnosť nižšiu než Ra = 1 µm ani po dlhodobom leštení. Táto hraničná hodnota drsnosti pre technickú prax je pomerne vysoká.

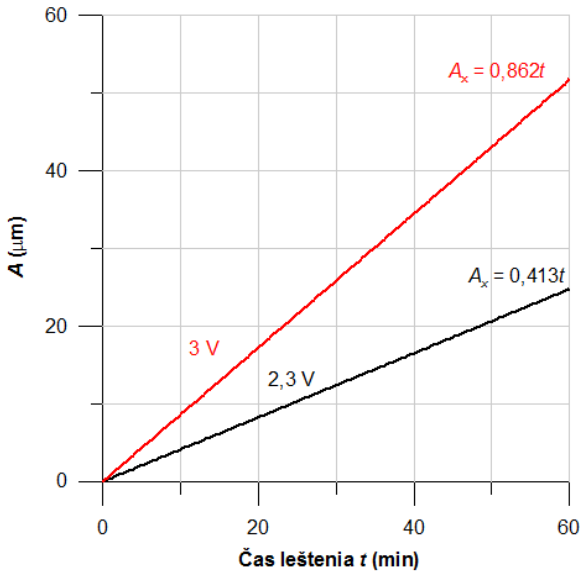
Lesk povrchu vzorky leštenej pri 3,0 V sa v prvých dvoch minútach leštenia zvyšuje zanedbateľne a až potom začína lesk narastať. Výrazný nárast lesku nastáva až po 6 minútach leštenia a trvá po dvanástu minútu leštenia, kde dosahuje lokálne maximum. Po miernom poklese lesku počas ďalšej minúty leštenia lesk už ďalej narastá, hoci nie tak rýchlo, ako to bolo medzi šiestou a dvanástou minútou leštenia. Priebeh lesku dosahuje lokálne maximum po 36 minútach leštenia, ďalším leštením je možné lesk ešte mierne zvýšiť, čo ale určite nie je ekonomicky výhodné. Je možné skonštatovať, že z hľadiska nárastu lesku povrchu leštiť vzorku pri napätí 3 V dlhšie než 36 minút je prakticky zbytočné. Je treba ale na druhej strane podotknúť, že leštiť vzorku 6 minút alebo menej tiež neprináša žiadny výrazný nárast úrovne lesku. Optimálny čas leštenia z hľadiska lesku aj drsnosti povrchu je v danom prípade 10 minút.

Pri hodnote napätia na elektródach elektrolytického obvodu 2,3 V je počiatočný pokles povrchovej drsnosti v prvých minútach leštenia nepatrný a až po 10 minútach leštenia začína rýchlosť poklesu drsnosti narastať (obr. 4.9). To znamená, že okrem kvantitatívnych zmien prináša zníženie hodnoty napätia o 0,7 V aj kvalitatívne zmeny. Vzniká pomerne dlhá inkubačná doba, a až po uplynutí tejto inkubačnej doby začína drsnosť povrchu klesať. Strmosť poklesu drsnosti je však v porovnaní s leštením pri 3 V výrazne nižšia. Na dosiahnutie rovnakého poklesu drsnosti ako pri 3 V je potrebný rádovo dlhší čas leštenia. Závislosť lesku od času leštenia má podobný priebeh ako pri 3 V, len nárast lesku je pri 2,3 V menej strmý.

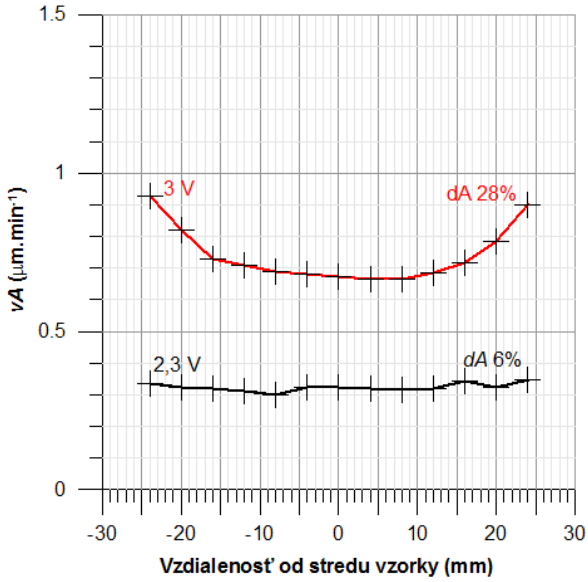


Obr. 4.10 *Grafický priebeh zmeny drsnosti a lesku povrchu po leštení 2,3 V po dlhom čase leštenia (120 minút)*

Na zistenie minimálnej hodnoty dosiahnuteľnej drsnosti povrchu a maximálnej dosiahnuteľnej úrovne lesku pri 2,3 V bola vzorka leštená dlhodobo, až kým sa nekončil nárast lesku alebo pokles drsnosti. Vzorka bola nakoniec leštená až dve hodiny. Získané závislosti nameraných hodnôt sú zobrazené na obr. 4.10. Maximálna hodnota lesku G_{MAX} je 274 GU, čo je hodnota vyššia než sa dosiahla počas leštenia pri 3,0 V. Maximálna hodnota lesku, ako aj minimálna hodnota drsnosti, ktorá je Ra_{MIN} = 0,94 µm, sa zhodne dosiahli až pri 110 minútach leštenia. Aj v prípade minimálnej hodnoty drsnosti sa dosiahol výsledok lepší než pre leštenie pri 3,0 V.



Obr. 4.11 *Hrúbka odobratého materiálu v závislosti od času leštenia*



Obr. 4.12 *Priebeh zmeny rýchlosti úberu v závislosti od polohy na vodorovnej osi vzorky*

Úber materiálu bol počas experimentov meraný ako zmena hmotnosti pred leštením a po leštení. Z nameraných hmotností spolu s hrúbkami vzoriek je v tab. 4.3 vypočítaná hrúbka odobratého materiálu A_x.

Úber materiálu z povrchu vzorky je časovo lineárny v oboch hodnotách napätia, ako je to vidieť na obr. 4.11. Rýchlosť úberu je vyššia pri leštení pri napätí 3,0 V a má hodnotu vA_m = 64,732 mg.dm^{-2}.min^{-1}, čomu zodpovedá rýchlosť úberu materiálu vA = 0,833 µm.min^{-1}. Proces elektrochemického leštenia odoberá pri 2,3 V materiál z lešteného povrchu rýchlosťou vA_m = 29,375 mg.dm^{-2}.min^{-1}, čomu zodpovedá hodnota rýchlosti úberu vA = 0,407 µm.min^{-1}.

HRÚBKA ODOBRATÉHO MATERIÁLU Z LEŠTENÉHO POVRCHU
PRI NAPÄTÍ 2,3 V a 3,0 V Tabuľka 4.3

Čas (min)	**Hrúbka odobratej vrstvy A_x (µm)**		**Čas (min)**	**Hrúbka odobratej vrstvy A_x (µm)**	
	č. 62 - 2,3 V	č. 200 - 3,0 V		č. 62 - 2,3 V	č. 200 - 3,0 V
0	0,00	0,00	16	–	15,00
1	–	1,13	19	–	17,59
2	1,14	2,20	20	8,70	–
3	–	3,19	22	–	20,14
4	–	4,24	25	10,79	22,67
5	–	5,25	28	–	25,09
6	2,91	6,24	32	13,82	28,30
7	–	–	36	–	31,47
8	–	7,96	40	16,81	34,63
10	4,77	9,72	45	–	38,36
12	–	11,67	50	20,43	42,21
14	–	13,26	55	–	46,11
15	6,69	–	60	23,82	50,00

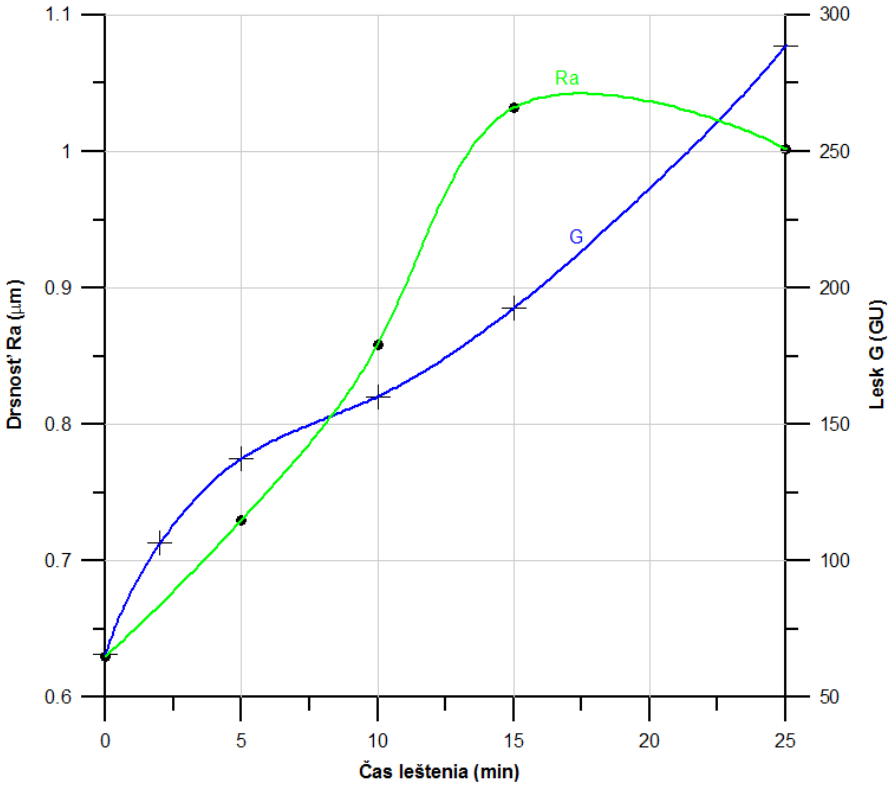
V rámci experimentov v tejto časti práce bola hodnotená aj rovnomernosť úberu materiálu z leštenej plochy *dA* na základe zmeny hrúbky vzorky meranej od ľavého okraja vzorky po pravý okraj. Postup a metodika vyhodnocovania rovnomernosti úberu sú uvedené v časti 3.5 Na obr. 4.12 vidieť priebeh zmien rýchlosti úberu materiálu po vodorovnej osi vzoriek leštených pri 2,3 V a 3,0 V s uvedeným percentuálnym rozdielom rýchlosti úberu v strede a na okraji vzorky. Namerané hrúbky vzorky v závislosti od polohy s vypočítanou hodnotou rýchlosti úberu materiálu *vA* sú uvedené v tab. 4.4. Na základe týchto priebehov je možné skonštatovať, že úber materiálu počas leštenia pri týchto hodnotách napätia je rovnomerný.

Z predošlého textu vyplýva, že proces elektrochemického leštenia pri napätiach 2,3 V a 3,0 V má obmedzené možnosti z hľadiska dosiahnutia nízkej povrchovej drsnosti po leštení. Hodnota drsnosti lešteného povrchu neklesne ani pri dlhodobom leštení pod istú hraničnú hodnotu. Bolo preto experimentálne skúmané, aké výsledky sa dosiahnu, ak sa bude pri týchto napätiach leštiť povrch s výrazne nižšou východiskovou hodnotou drsnosti, než je hraničná hodnota. Preto bola pripravená ďalšia vzorka č. 20 s povrchom brúseným na metalografickej brúske. Drsnosť povrchu tejto vzorky dosahovala východiskovú hodnotu Ra_0 = 0,630 µm pri hodnote povrchového lesku G_0 = 65,9 GU. Vzorka bola následne elektrochemicky leštená pri napätí 3,0 V postupne po krátkych časových úsekoch podobne, ako

to bolo pri predošlých experimentoch. Priemerné namerané hodnoty drsnosti a lesku sú v tab. 4.5 a grafické vyjadrenie priebehu nameraných hodnôt v závislosti od času leštenia je vidieť na obr. 4.13.

NAMERANÁ HRÚBKA VZORKY PO LEŠTENÍ NAPÄTIAMI 2,3 V A 3 V S VYPOČÍTANOU HODNOTOU RÝCHLOSTI ÚBERU Tabuľka 4.4

Napätie 2,3 V			Napätie 3,0 V		
vzdialenosť od stredu (mm)	**hrúbka vzorky (mm)**	***vA* (µm.min^{-1})**	**vzdialenosť od stredu (mm)**	**hrúbka vzorky (mm)**	***vA* (µm.min^{-1})**
-24	2,748	0,333	-24	2,738	0,928
-20	2,750	0,325	-20	2,750	0,818
-16	2,751	0,321	-16	2,762	0,728
-12	2,753	0,312	-12	2,768	0,708
-8	2,756	0,300	-8	2,767	0,691
-4	2,750	0,325	-4	2,769	0,682
0	2,750	0,325	0	2,770	0,672
4	2,751	0,321	4	2,773	0,667
8	2,752	0,317	8	2,773	0,667
12	2,751	0,321	12	2,771	0,683
16	2,746	0,342	16	2,767	0,717
20	2,750	0,325	20	2,759	0,783
24	2,745	0,346	24	2,745	0,900

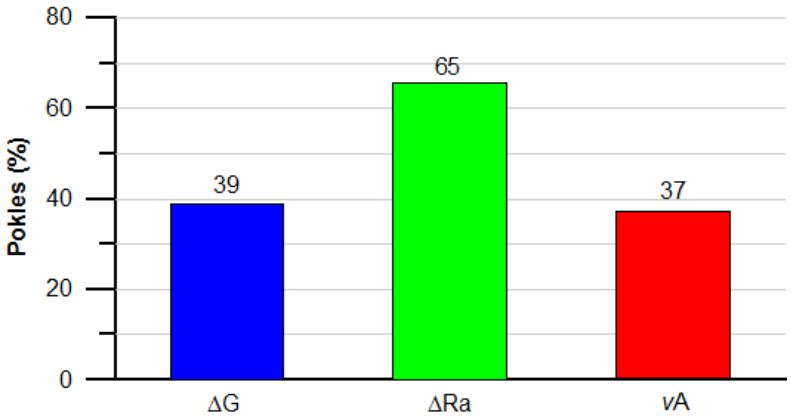


Obr. 4.13 *Závislosť drsnosti a lesku povrchu brúsenej vzorky č. 20 pri leštení napätím 3,0 V*

ZMENY DRSNOSTI A LESKU POVRCHU PO LEŠTENÍ NAPÄTÍM 3,0 V NA VZORKE č. 20 Tabuľka 4.5

Čas (min)	Ra (µm)	G (GU)
0	0,630	65,9
2	0,670	106,4
5	0,730	137,5
10	0,858	160,2
15	1,032	192,5
25	1,002	288,7

Z uvedenej závislosti vyplýva, že hodnota drsnosti povrchu vzorky počas leštenia neklesá, ale naopak stúpa. Hodnota drsnosti sa asymptoticky blíži k minimálnej hraničnej hodnote drsnosti, zistenej pri predošlom experimente. Z toho vyplýva, že minimálna drsnosť, ktorú je možné pre daný materiál vzorky pri leštení napätím 3,0 V dosiahnuť, sa pohybuje okolo hodnoty Ra_{MIN} = 1,0 µm. Z hľadiska povrchového lesku vyplýva, že má stúpajúci charakter a teda môžeme povedať, že hodnota lesku nie je v korelácii s hodnotou drsnosti povrchu.



Obr. 4.14 *Vplyv úrovne vyčerpanosti elektrolytu na pokles dosahovaných vlastností povrchu vzorky v porovnaní medzi novým a používaným roztokom*

Vplyv vyčerpanosti elektrolytu na hodnotu dosahovaných vlastností povrchu pri leštení napätím 3,0 V bol vyhodnotený na základe množstva materiálu, ktorý sa pri procese odobral. Na posúdenie vyčerpanosti bola použitá vz. č. 205 leštená v elektrolyte, v ktorom bolo odleštené 19 $g.l^{-1}$ materiálu. Výsledné hodnoty po 10 minútach leštenia sa porovnali s hodnotami vzorky č. 200, ktoré boli získané v úvode tejto časti, pri leštení vzorky v čerstvo pripravenom elektrolyte. Tab. 4.6 udáva porovnanie priemerných hodnôt nameraných údajov lesku, drsnosti a vypočítaných hodnôt hrúbky odobratej vrstvy vzorky č. 200 a 205. Graf na obr. 4.14 dáva predstavu, o koľko percent sa zhoršia dosahované vlastnosti povrchu a procesu, ak sa vzorka

leští v dlhodobo používanom elektrolyte. Je zjavné, že sa to prejaví najmä na schopnosti elektrochemického leštenia znižovať drsnosť, ktorá klesne až o 65 %.

HODNOTY LESKU, DRSNOSTI, HMOTNOSTI A VYPOČÍTANÉHO ÚBERU PRE VZ. č. 200 LEŠTENÚ V NOVOM ELEKTROLYTE A VZ. č 205 LEŠTENÚ V ELEKTROLYTE S OBSAHOM ODLEŠTENÉHO KOVU 19 g.l^{-1} ROZTOKU Tabuľka 4.6

Stav elektrolytu	**Ra (µm)**		**G (GU)**		**m (g)**		**A_{10} (µm)**	**vA (µm.min^{-1})**
	po 0 min.	po 10 min.	po 0 min.	po 10 min.	po 0 min.	po 10 min.		
nový - vz. č. 200	1,623	1,003	23,3	125,5	55,903	54,479	9,72	0,972
použitý - vz. č. 205	1,625	1,413	19,5	81,9	54,890	54,627	6,10	0,610

4.4.2 Vlastnosti procesu pri vysokých prúdových hustotách

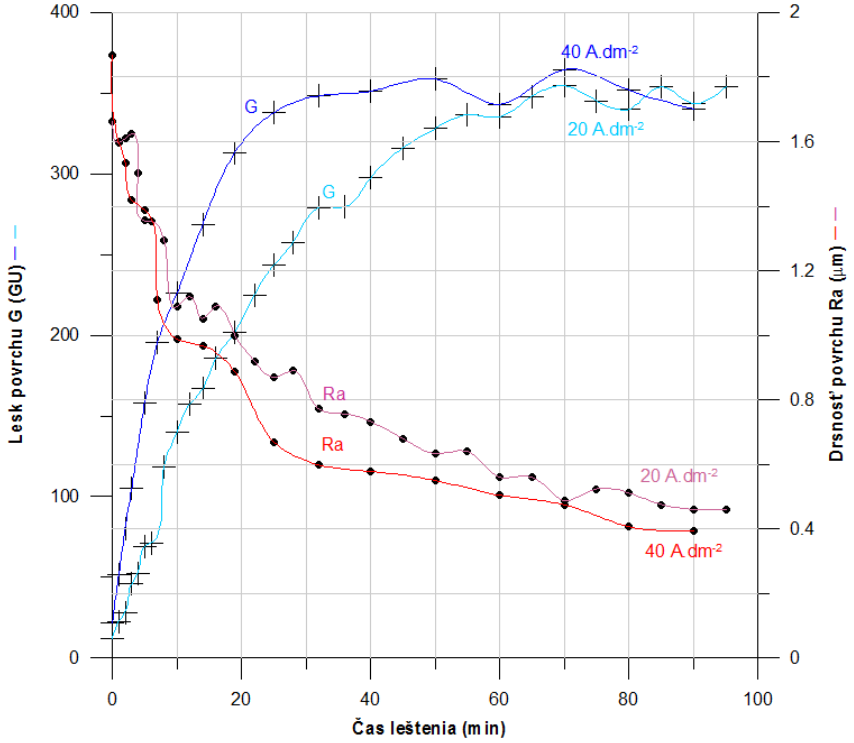
V súlade s navrhnutým postupom a metodikou experimentálnych prác (kapitola 3) sa vlastnosti procesu elektrochemického leštenia skúmali pri rôznych hodnotách napätia na elektródach. V predošlej časti sú uvedené výsledky dosiahnuté pri leštení vzoriek pri napätiach 2,3 V a 3,0 V. Tieto hodnoty napätia zodpovedajú určitým konkrétnym bodom na voltampérovej charakteristike a nezávisia od teploty elektrolytu ani ďalších vplyvov.

V prípade leštenia pri vyšších napätiach sa v literatúre uvádza odporučený rozsah prúdovej hustoty, pričom konkrétna hodnota napätia pre zvolenú prúdovú hustotu závisí od viacerých faktorov, predovšetkým od teploty elektrolytu. To je aj dôvod, prečo sa v tomto prípade uvádza ako parameter procesu prúdová hustota na anóde a nie napätie na elektródach.

Vlastnosti elektrochemického leštenia sú hodnotené, podobne ako v predošlej časti, na základe závislosti poklesu povrchovej drsnosti vzorky od času leštenia a závislosti nárastu úrovne lesku povrchu od času leštenia. Priebehy nameraných hodnôt drsnosti lešteného povrchu a priebehy úrovne lesku v závislosti od času leštenia vz. č. 201 a č. 240 leštených pri (20 a 40) A.dm^{-2} vidieť na obr. 4.15.

Pre vzorku leštenú pri 40 A.dm^{-2} vidíme, že drsnosť povrchu prudko klesá počas prvých 10 minút leštenia, následne je pokles už menej strmý. Po 30 minútach leštenia je pokles drsnosti povrchu nízky, minimálna hodnota drsnosti sa dosiahla po 90 minútach leštenia. Na základe výsledkov experimentu je možné skonštatovať, že z hľadiska poklesu povrchovej drsnosti leštenie vzorky pri 40 A.dm^{-2} je najintenzívnejšie počas prvých 10 minút, ale v prípade potreby je možné drsnosť povrchu ďalej znižovať. Hraničná hodnota drsnosti pre elektrochemické leštenie pri tejto prúdovej hustote je Ra_{MIN} = 0,394 µm. Pri leštení povrchov s nižšou hodnotou drsnosti, než je táto hraničná hodnota, nebude drsnosť povrchu počas leštenia klesať, ale naopak stúpať. Lesk povrchu vzorky v priebehu prvých 20 minút leštenia prudko stúpa, potom sa nárast úrovne lesku spomaľuje. Priebeh lesku dosahuje svoje prvé lokálne maximum po 50 minútach

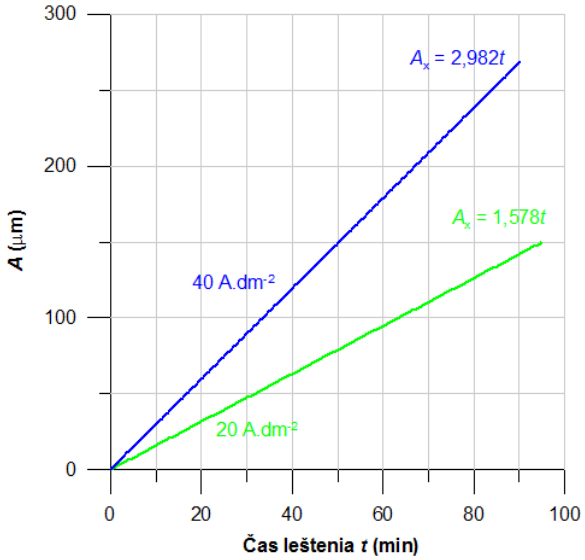
leštenia, ďalším leštením je možné lesk ešte mierne zvýšiť, čo ale určite nie je ekonomicky výhodné. Maximálna dosiahnuteľná úroveň lesku má pri tejto prúdovej hustote hodnotu G_{MAX} = 365 GU.



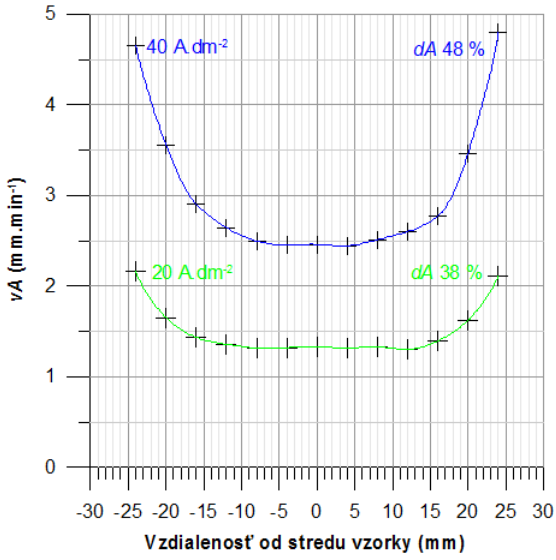
Obr. 4.15 *Nárast lesku a pokles drsnosti povrchu vzoriek leštených pri prúdovej hustote 20 A.dm^{-2} a 40 A.dm^{-2} v závislosti od času leštenia*

Anódová prúdová hustota 20 A.dm^{-2}, použitá pri leštení ďalšej vzorky, je pod odporučeným intervalom prúdovej hustoty pre použitý elektrolyt. Zámerom pri voľbe tejto hodnoty prúdovej hustoty je získať viac poznatkov o samotnom procese. Priebeh poklesu drsnosti v závislosti od času leštenia vykazuje, na rozdiel od leštenia pri 40 A.dm^{-2}, počiatočnú stagnáciu až lokálny nárast počas prvých troch minút procesu leštenia. Okrem tejto skutočnosti sú oba priebehy podobné s tým rozdielom, že rýchlosť poklesu drsnosti je podľa očakávania nižšia pri nižšej prúdovej hodnote. Ďalší rozdiel sa týka limitnej hodnoty povrchovej drsnosti, nižšia hodnota sa dosahuje pri vyššej prúdovej hustote. Pri prúdovej hustote 20 A.dm^{-2} je možné dosiahnuť limitnú hodnotu povrchovej drsnosti Ra_{MIN} = 0,460 µm po 90 minútach leštenia. Úroveň lesku rastie výrazne pomalšie, než je to pri prúdovej hustote 40 A.dm^{-2}, ale maximálna dosiahnuteľná úroveň lesku sa blíži hodnote dosiahnutej pri vyššej prúdovej hustote. Na základe týchto poznatkov možno skonštatovať, že zvýšenie hodnoty prúdovej hustoty zrýchľuje proces leštenia aj z hľadiska poklesu drsnosti povrchu, aj z hľadiska nárastu lesku. Naopak, v prípade, ak má leštený objekt veľké rozmery, tým aj plochu svojho povrchu, a dostupný zdroj

jednosmerného prúdu má obmedzený výkon, je možné leštiť tento objekt pri nižšej prúdovej hustote dlhší čas a dosiahnuť pritom rovnaké vlastnosti lešteného povrchu.



Obr. 4.16 *Hrúbka odobratého materiálu v závislosti od času leštenia*



Obr. 4.17 *Priebeh zmeny rýchlosti úberu v závislosti od polohy na vodorovnej osi vzorky*

HRÚBKA ODOBRATÉHO MATERIÁLU Z LEŠTENÉHO POVRCHU
PRI PRÚDOVEJ HUSTOTE 20 a 40 A.dm^{-2} Tabuľka 4.7

Čas (min)	**Hrúbka odobratej vrstvy A_x (µm)**		**Čas (min)**	**Hrúbka odobratej vrstvy A_x (µm)**	
	č. 201 20 A.dm^{-2}	**č. 240 40 A.dm^{-2}**		**č. 201 20 A.dm^{-2}**	**č. 240 40 A.dm^{-2}**
0	0	0	25	40,65	73,37
1	1,97	3,37	28	45,26	–
2	3,71	6,42	32	51,30	94,77
3	5,44	9,45	36	57,29	–
4	7,13	–	40	63,47	118,81
5	8,85	15,42	45	70,97	–
6	10,61	–	50	78,55	149,42
7	–	21,39	55	86,09	–
8	13,85	–	60	93,76	173
10	17,05	30,24	65	102,70	–
12	20,25	–	70	110,41	210,63
14	22,48	41,84	75	118,15	–
15	–	–	80	125,80	240,50
16	26,66	–	85	133,68	–
19	31,33	56,26	90	141,56	269,61
20	–	–	95	149,20	–
22	36,07	–	100	–	–

Z obr. 4.16 je zrejmé, že je úber materiálu z povrchu vzorky je časovo lineárny pri oboch prúdových hustotách. Rýchlosť úberu je podľa predpokladov vyššia pri prúdovej hustote 40 A.dm^{-2}, a má hodnotu 220 mg.dm^{-2}.min^{-1}, čomu zodpovedá hrúbka odleštenej vrstvy 2,995 μm.min^{-1}. Pri prúdovej hustote 20 A.dm^{-2} odoberá elektrochemický proces leštenia materiál z lešteného povrchu rýchlosťou 120 mg.dm^{-2}.min^{-1}, čo zodpovedá hodnote úberu 1,570 μm.min^{-1}. Pomocou nameraných hodnôt hmotností vzoriek pri leštení vysokými prúdovými hustotami je vypočítaná hodnota hrúbky odobratého materiálu z povrchu vzoriek (tab. 4.7).

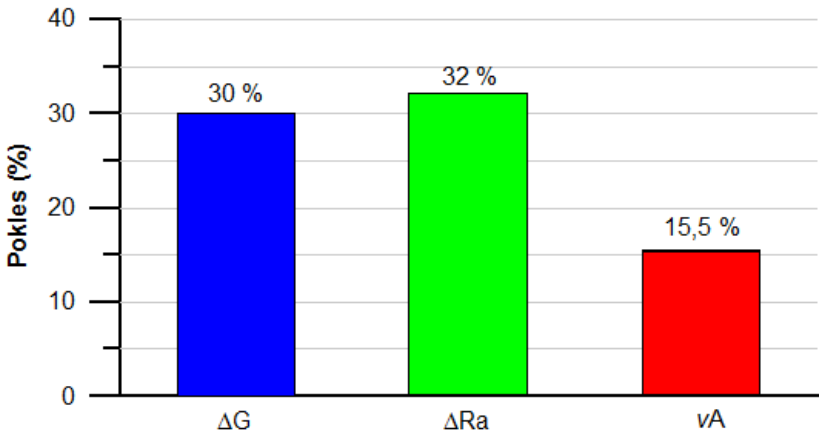
NAMERANÁ HRÚBKA VZORKY PO LEŠTENÍ PRÚDOVOU HUSTOTOU 20 a 40 A.dm^{-2} S VYPOČÍTANOU HODNOTOU HRÚBKY ODOBRATEJ VRSTVY ZA MINÚTU

Tabuľka 4.8

Prúdová hustota 20 A.dm^{-2}			**Prúdová hustota 40 A.dm^{-2}**		
vzdialenosť od stredu [mm]	**hrúbka vzorky (mm)**	***vA* (μm.min^{-1})**	**vzdialenosť od stredu [mm]**	**hrúbka vzorky (mm)**	***vA* (μm.min^{-1})**
-24	2,420	2,158	-24	1,991	4,661
-20	2,516	1,653	-20	2,189	3,561
-16	2,558	1,432	-16	2,307	2,906
-12	2,572	1,358	-12	2,354	2,644
-8	2,580	1,316	-8	2,381	2,494
-4	2,579	1,321	-4	2,388	2,456
0	2,577	1,332	0	2,387	2,461
4	2,580	1,316	4	2,390	2,444
8	2,577	1,332	8	2,378	2,511
12	2,583	1,300	12	2,362	2,600
16	2,565	1,395	16	2,331	2,772
20	2,522	1,621	20	2,206	3,467
24	2,429	2,111	24	1,967	4,794

Na obr. 4.17 sú znázornené priebehy rýchlosti úberu materiálu v závislosti od vzdialenosti od vertikálnej osi vzorky pre obe hodnoty prúdovej hustoty. Pri týchto prúdových hustotách je úber materiálu z lešteného povrchu výrazne nerovnomerný. Hodnota úberu sa postupne zvyšuje od stredu vzorky smerom k jej okrajom (tab. 4.8). Táto skutočnosť bola pozorovaná už pri samotných experimentoch, keď mali vzorky po niekoľkých minútach leštenia výrazne vyšší lesk na okrajoch. Porovnaním znázornených priebehov možno skonštatovať, že zvyšovaním prúdovej hustoty v tejto oblasti parametrov sa zvyšuje aj nerovnomernosť úberu a zrejme aj celkového účinku procesu na leštený povrch. Pri prúdovej hustote 20 A.dm^{-2}

je hodnota úberu na okrajoch vzorky vyššia o 65 % než v strede vzorky a pri prúdovej hustote 40 A.dm^{-2} je tento rozdiel až 96 %, teda na okrajoch vzorky je v tomto prípade úber skoro dvojnásobný.



Obr. 4.18 *Vplyv úrovne vyčerpanosti elektrolytu na pokles dosahovaných vlastností povrchu vzorky v porovnaní medzi novým a používaným roztokom pri vysokých prúdových hustotách*

Podobne ako sa sledoval vplyv vyčerpanosti elektrolytu pri leštení napätím 3,0 V, tak bol sledovaný aj jeho vplyv na dosahované vlastnosti lešteného povrchu aj pri vysokej prúdovej hustote 40 A.dm^{-2}. Vzorka č. 91 bola elektrochemicky leštená v dlhodobo používanom roztoku, v ktorom bolo odleštených 19 g materiálu na liter elektrolytu. Výsledky boli porovnané s povrchovými parametrami vzorky č. 240, leštenej v čerstvo pripravenom roztoku. V oboch prípadoch boli použité rovnaké parametre procesu: teplota elektrolytu 40 °C a čas leštenia 10 minút. Porovnanie pre priemerné hodnoty nameraných údajov lesku, drsnosti a vypočítané hodnoty hrúbky odobratej vrstvy vzoriek č. 240 a č. 91 sú uvedené v tab. 4.9. Graf na obr. 4.18 prezentuje, o koľko percent sa zhoršia dosahované vlastnosti povrchu a procesu, ak sa vzorka leští v dlhodobo používanom elektrolyte pri prúdovej hustote 40 A.dm^{-2} v porovnaní s leštením v čerstvo pripravenom elektrolyte. Z uvedeného je zrejmé, že dosahované parametre pri leštení v používanom elektrolyte budú vykazovať asi o 30 % zhoršené vlastnosti z hľadiska lesku a drsnosti povrchu.

HODNOTY LESKU, DRSNOSTI, HMOTNOSTI A VYPOČÍTANÉHO ÚBERU PRE vz. č. 240 LEŠTENÚ V NOVOM ELEKTROLYTE A vz. č. 91 LEŠTENÚ V ELEKTROLYTE S OBSAHOM ODLEŠTENÉHO KOVU 19 g.l^{-1} ROZTOKU Tabuľka 4.9

Stav elektrolytu	**Ra (µm)**		**G (GU)**		**m (g)**		**A_{10} (µm)**	**vA (µm.min^{-1})**
	Ra_0	Ra_{10}	G_0	G_{10}	m_0	m_{10}		
nový	1,867	1,088	21,8	225,8	55,982	54,716	30,24	3,024
použitý	1,556	1,122	14,9	158,3	55,523	54,420	26,81	2,681

4.4.3 *Súhrn získaných výsledkov a ich interpretácia*

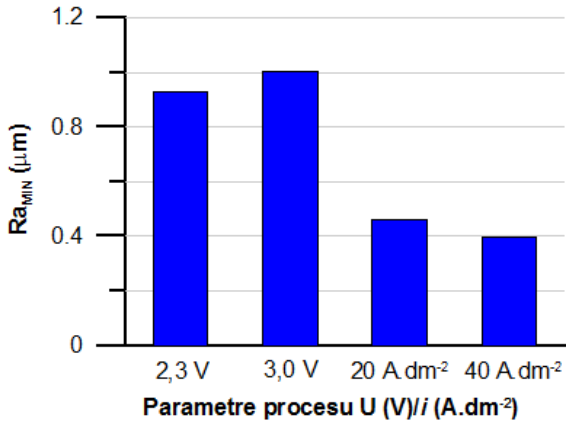
V predchádzajúcich dvoch podkapitolách práce sú uvedené výsledky experimentov zameraných na skúmanie vlastností procesu elektrochemického leštenia pri rôznych hodnotách napätia na elektródach a prúdovej hustoty na anóde. Niektoré výsledky týkajúce sa základných vlastností procesu sú zhrnuté v tab. 4.10. Prvé dva riadky tabuľky identifikujú základné parametre, pri ktorých boli vzorky leštené – hodnoty napätia *U* a prúdovej hustoty *i*. Ďalší riadok tabuľky uvádza príslušnú hodnotu elektrického príkonu na decimeter štvorcový leštenej plochy – merný príkon procesu *p*.

SÚHRN VYBRANÝCH VLASTNOSTÍ PROCESU ELEKTROCHEMICKÉHO LEŠTENIA

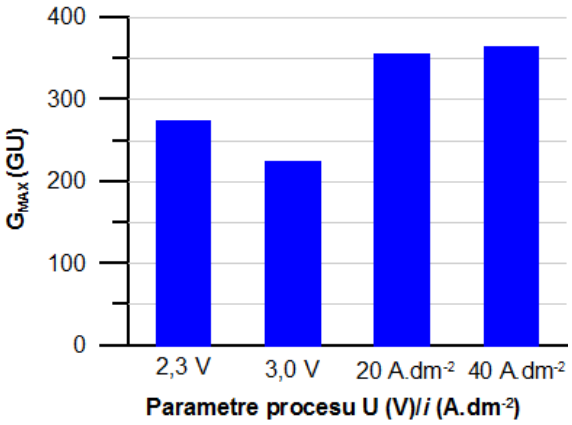
Tabuľka 4.10

***U* (V)**	**2,3**	**3,0**	5,0	7,5
***i* (A.dm^{-2})**	3,1	6,8	**20**	**40**
***p* (W.dm^{-2})**	7	20	100	300
Ra_{MIN} (μm)	0,930	1,003	0,460	0,394
G_{MAX} (GU)	274	224	355	365
$t_{G\text{-}MAX}$ (min)	110	32	70	50
vA_m (mg.dm^{-2}.min^{-1})	30,02	66,99	120,74	220,04
***A* (μm.min^{-1})**	0,41	0,84	1,57	2,99
***dA* (%)**	6	28	38	48
ΔRa_{10} (%)	2,0	38,2	34,6	47,1
ΔG_{10} (GU)	24	96	126	204

Hraničná hodnota drsnosti povrchu Ra_{MIN} udáva najnižšiu dosiahnuteľnú hodnotu drsnosti povrchu lešteného pri daných parametroch. Ak je drsnosť lešteného povrchu nižšia než hraničná hodnota Ra_{MIN}, leštením sa postupne drsnosť povrchu zvyšuje až na túto hodnotu. Hodnoty hraničnej drsnosti je možné porovnať na obr. 4.19. Je zrejmé, že leštením pri napätiach 2,3 V a 3,0 V nie je možné dosiahnuť nízke hodnoty drsnosti povrchu, čo môže byť v mnohých prípadoch limitujúcim faktorom. Pre hodnotu úrovne lesku povrchu neplatí, že čím dlhší je čas leštenia, tým vyšší je výsledný lesk. Po určitom čase leštenia, označenom ako $t_{G\text{-}MAX}$, sa dosiahne maximálna hodnota lesku a pokračovaním v leštení sa lesk už nebude prakticky zvyšovať, naopak môže klesať. Maximálnu úroveň lesku pri jednotlivých parametroch je možné porovnať na obr. 4.20. Vo všetkých prípadoch leštenia je úber materiálu z lešteného povrchu lineárny v závislosti od času leštenia, ako to vyplýva z výsledkov uvedených v predchádzajúcich častiach práce.



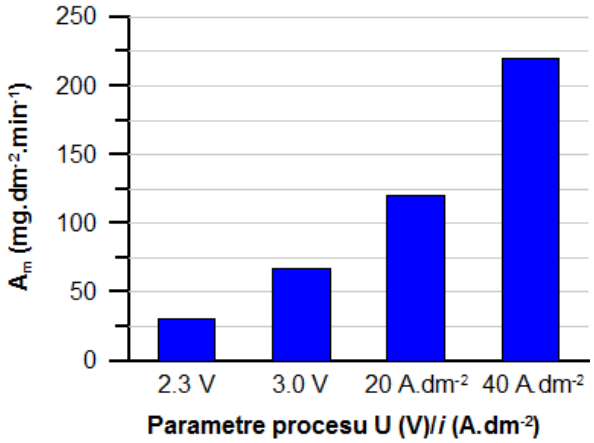
Obr. 4.19 *Porovnanie hraničných hodnôt drsnosti po elektrochemickom leštení*



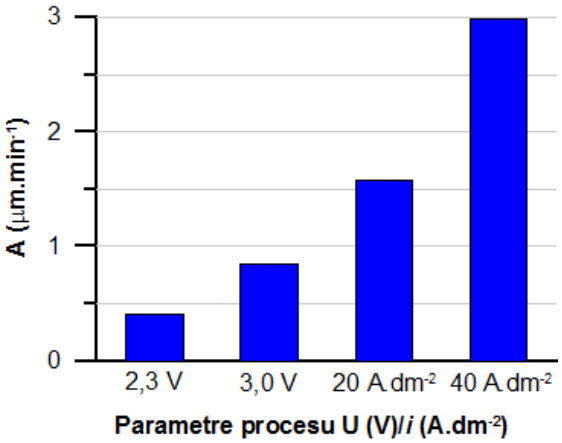
Obr. 4.20 *Porovnanie maximálnych dosiahnutých hodnôt lesku povrchu po elektrochemickom leštení*

Hodnota A_m uvádzaná v tab. 4.14 vyjadruje rýchlosť úberu materiálu v hmotnostných jednotkách z 1 dm^2 leštenej plochy. Táto hodnota vychádza priamo z rozdielu hmotností pred leštením a po leštení vzoriek. Naopak hodnota *A*, čo je hrúbka odobratej vrstvy z leštenej plochy za jednotku času, je stanovená výpočtom tak, ako je to uvedené v časti 3.4. Na obr. 4.21 a obr. 4.22 je možné porovnať tieto hodnoty získané pri rôznych parametroch procesu. Hodnota úberu pri elektrochemickom leštení nie je na každom mieste povrchu rovnaká. Na lokálnu hodnotu úberu má vplyv tvar lešteného objektu a v závislosti od neho aj rozmiestnenie, tvar a vzdialenosť katód od lešteného povrchu. Hodnota nerovnomernosti úberu *dA* je vypočítaná ako relatívny nárast hodnoty úberu na okrajoch vzorky vzhľadom na jej stred. Citlivosť procesu na rozloženie a tvar katód pri jednotlivých parametroch dokumentuje obr. 4.23. Na obrázku vidieť, že najrovnomernejší úber je pri napätí medzi elektródami 2,3 V. Je to možné vysvetliť tým, že pri tomto napätí má pasivačný film najväčšiu hrúbku. Pasivačný film tvoria produkty chemickej reakcie vyvolanej pod vplyvom pretekajúceho elektrického prúdu. Elementárny objem pasivačného filmu má vyššiu hustotu a nižšiu elektrickú vodivosť než rovnaký objem okolitého elektrolytu. Pri prechode elektrického prúdu cez pasivačný film na ňom vzniká oveľa vyšší úbytok napätia než na rovnako hrubom filme elektrolytu. V dôsledku toho vzniká v elektrickom poli medzi elektródami oblasť s vyšším odporom tvoriaca potenciálovú bariéru nad povrchom anódy. Na lokálnu hustotu elektrického prúdu na anóde bude mať dominantnejší vplyv potenciálový spád na pasivačnom filme než samotné rozloženie elektrického poľa medzi elektródami vo vysoko vodivom prostredí elektrolytu. Čím je vyššia hodnota napätia na elektródach, tým je hrúbka pasivačného filmu nižšia v dôsledku intenzifikácie tvorby plynových bublín počas elektrolýzy (2). Znižujúcou sa hrúbkou pasivačného filmu klesá jeho elektrický odpor, a teda aj úbytok napätia na tomto filme. Následkom toho rastie vplyv

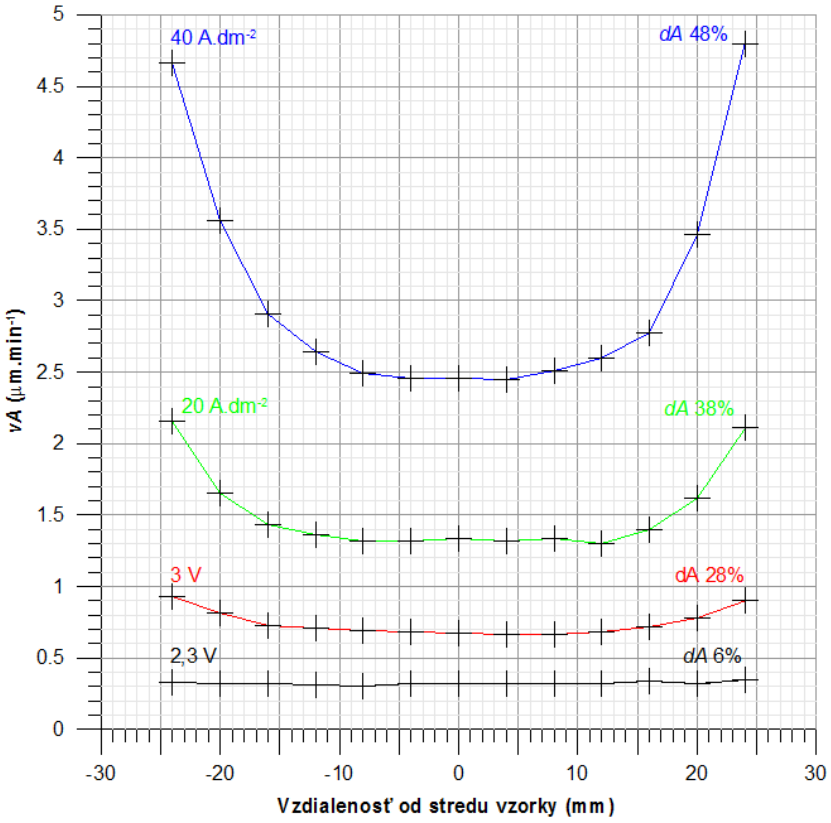
rozloženia potenciálového poľa medzi elektródami na lokálnu hodnotu prúdovej hustoty na anóde, čo je v súlade s výsledkami prezentovanými na obr. 4.23. Zvyšovaním napätia na elektródach sa zvyšuje nielen nerovnomernosť úberu, ale aj nerovnomernosť poklesu drsnosti lešteného povrchu a jeho lesk.



Obr. 4.21 *Porovnanie hmotnostnej rýchlosti úberu materiálu po elektrochemickom leštení*



Obr. 4.22 *Porovnanie hrúbky odobratej vrstvy po elektrochemickom leštení*

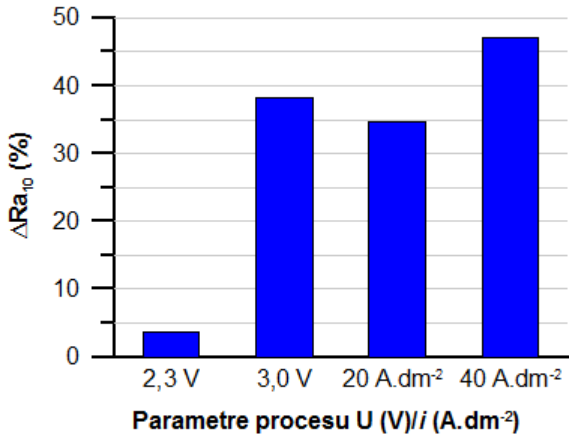


Obr. 4.23 *Rovnomernosť rýchlosti úberu materiálu v závislosti od meraného miesta na vzorke vo vodorovnom smere a použitom parametri leštenia*

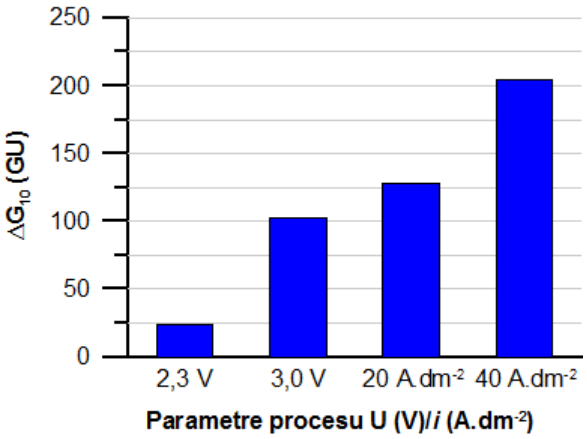
4.4.3.1 Nárast lesku a pokles drsnosti po 10 minútach leštenia

Z hľadiska rýchlosti nárastu úrovne lesku a rýchlosti poklesu drsnosti lešteného povrchu je pre väčšinu skúmaných priebehov najvhodnejšou spoločnou voľbou pre dĺžku leštenia hodnota 10 minút. Preto bola táto hodnota zvolená na porovnanie účinku elektrochemického leštenia na leštený povrch pri jednotlivých parametroch procesu. V tab. 4.14 sú uvedené hodnoty pre relatívny pokles drsnosti povrchu za prvých 10 minút leštenia ΔRa_{10} a hodnoty nárastu lesku povrchu po prvých 10 minútach leštenia ΔG_{10}. Grafické porovnanie týchto hodnôt je na obr. 4.24 a na obr. 4.25.

Pokles drsnosti po 10 minútach leštenia pri hodnote napätia na elektródach 2,3 V, spadajúceho do rovnej oblasti voltampérovej charakteristiky, je minimálny, takmer zanedbateľný (obr. 4.24). Mierne zvýšenie napätia o hodnotu 0,7 V spôsobí viac ako 38 % pokles drsnosti, ktorý je vyšší než sa dosiahol leštením pri prúdovej hustote 20 A.dm^{-2}. Najväčší relatívny pokles drsnosti povrchu 47,1 % sa dosiahol leštením pri najvyššej prúdovej hustote, ale príkon procesu je rádovo vyšší, než je to pri leštení pri 3,0 V.



Obr. 4.24 *Pokles drsnosti povrchu po 10 minútach elektrochemického leštenia*



Obr. 4.25 *Nárast povrchového lesku po 10 minútach elektrochemického leštenia*

Z obr. 4.24 vidieť, že rozdiel v dosiahnutej hodnote lesku vzoriek leštených pri 2,3 V a 3,0 V je výrazný, podobne ako to bolo v prípade drsnosti. Zvýšenie napätia o 0,7 V spôsobí takmer štvornásobný nárast hodnoty lesku. Ďalšie zvyšovanie napätia na elektródach, resp. prúdovej hustoty má za následok nárast lesku lešteného povrchu. Najvýraznejší nárast lesku nastáva pri prúdovej hustote 20 A.dm^{-2}.

4.4.3.2 Zníženie drsnosti povrchu o 30 % pri rôznych parametroch procesu

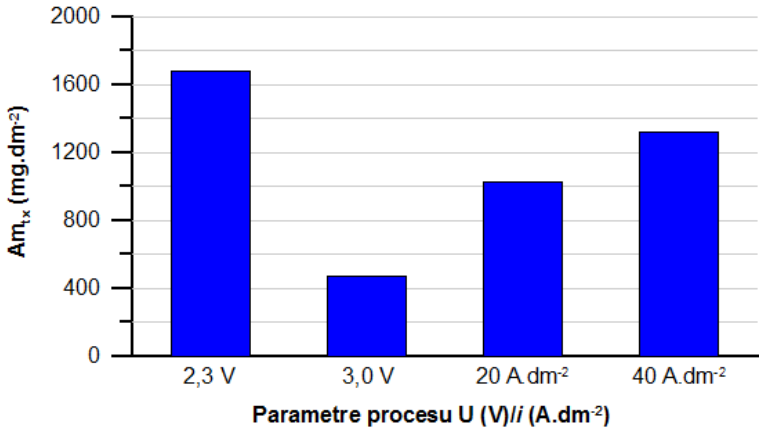
V tejto časti práce sú porovnané vlastnosti procesu leštenia pri rôznych parametroch s ohľadom na definovaný pokles drsnosti lešteného povrchu. To znamená, že po stanovení požadovanej hodnoty poklesu drsnosti povrchu sa pomocou závislostí uvedených v časti 4.4

určí čas leštenia, potrebný na dosiahnutie stanovenej hodnoty pri jednotlivých parametroch procesu. Na základe známeho času leštenia sa určia ďalšie vlastnosti, ako je hodnota úberu alebo energetická náročnosť procesu. Hodnota požadovaného relatívneho poklesu drsnosti pri leštení bola pre účel porovnania procesu leštenia pri rôznych parametroch stanovená na 30 %. Dôvodom je, že takáto hodnota poklesu drsnosti bola dosiahnutá, resp. prekonaná počas leštenia pri všetkých zvolených parametroch procesu a výsledky je tak možné vzájomne porovnať.

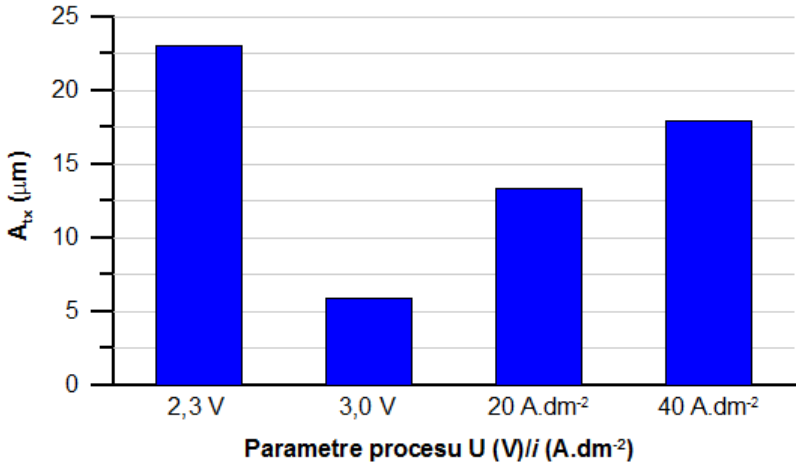
VYPOČÍTANÉ HODNOTY ČASU, ÚBERU A ENERGETICKEJ NÁROČNOSTI PRE POKLES DRSNOSTI POVRCHU PRI LEŠTENÍ O 30 % Tabuľka 4.11

U **(V)**	**2,3**	**3,0**	5,0	7,5
i **(A.dm^{-2})**	3,1	6,8	**20**	**40**
Ra₀ **(μm)**	1,681	1,623	1,664	1,867
Ra$_{tx}$ **(μm)**	1,177	1,136	1,165	1,307
t$_x$ **(min)**	56	7	8,5	6
Am$_{tx}$ **(mg.dm^{-2})**	1681	469	1026	1320
A$_{tx}$ **(μm)**	23,0	5,9	13,3	17,9
E **(Wh.dm^{-2})**	6,65	2,38	14,17	30,00

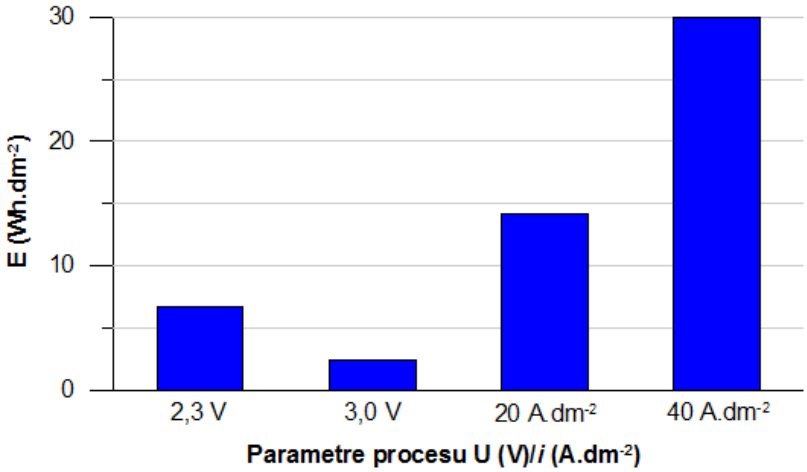
Prvé dva riadky v tab. 4.11 identifikujú parametre, pri ktorých boli jednotlivé vzorky leštené, teda napätie na elektródach U a prúdová hustota na anóde i. V treťom riadku je uvedená východisková hodnota drsnosti Ra_0 vzorky pred leštením. V ďalšom riadku sú uvedené vypočítané hodnoty drsnosti vzoriek pre pokles Ra_{tx} o 30 %. Na základe známych závislostí poklesu drsnosti od času leštenia bol určený čas t_x, po ktorom klesne drsnosť povrchu na hodnotu Ra_{tx}. Na základe známeho času leštenia t_x boli vypočítané hodnoty úberu a množstvo spotrebovanej elektrickej energie E. Úber je vypočítaný v hmotnostných jednotkách na jednotku leštenej plochy Am_{tx} a ďalej je táto hodnota prepočítaná na hrúbku vrstvy materiálu A_{tx} odobratého z lešteného povrchu za čas t_x. Grafické porovnanie získaných hodnôt je na obr. 4.26, obr. 4.27 a obr. 4.28.



Obr. 4.26 *Porovnanie hmotnostného úberu materiálu potrebného na pokles drsnosti povrchu o 30 % pre jednotlivé parametre elektrochemického leštenia*



Obr. 4.27 *Porovnanie hrúbky odobratej vrstvy potrebnej na pokles drsnosti povrchu o 30 % pre jednotlivé parametre elektrochemického leštenia*



Obr. 4.28 *Porovnanie spotrebovanej elektrickej energie potrebnej na pokles drsnosti povrchu o 30 % pre jednotlivé parametre elektrochemického leštenia*

Na dosiahnutie poklesu drsnosti povrchu o 30 % je potrebné pri napätí 2,3 V leštiť povrch až 56 minút, čo je z hľadiska produktivity neprijateľné. Okrem toho, celková hodnota

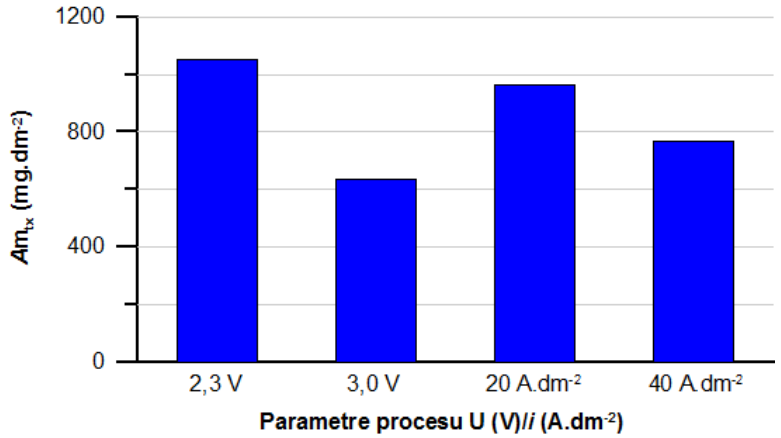
úberu je skoro štvornásobná než pri leštení s napätím 3,0 V a množstvo spotrebovanej elektrickej energie je tiež výrazne vyššie. Najnižšiu hodnotu úberu a najmenšiu spotrebu elektrickej energie zo všetkých možností ponúka leštenie pri 3,0 V. Mierne vyššia produktivita sa dosiahne leštením pri 40 A.dm^{-2} za cenu trojnásobnej hodnoty úberu a viac než 12 násobne vyššej spotreby elektrickej energie.

4.4.3.3 Zvýšenie úrovne lesku o hodnotu 100 GU pri rôznych parametroch procesu

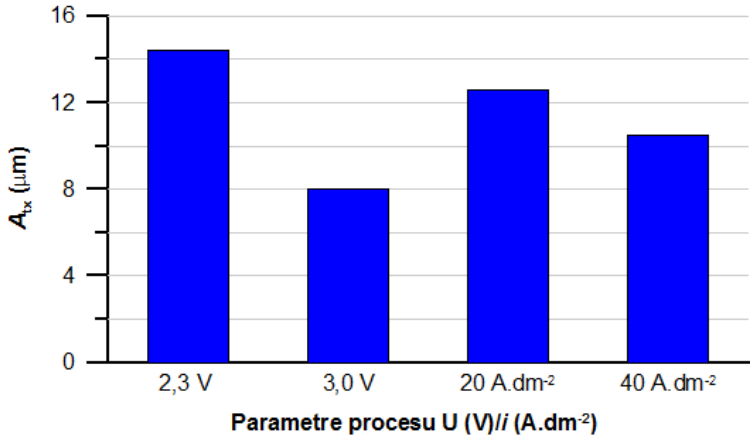
Pri tomto hodnotení sa postupuje obdobne, ako to bolo v predošlom prípade s tým rozdielom, že sa vlastnosti procesu budú posudzovať nie na základe vopred stanoveného poklesu drsnosti lešteného povrchu, ale na základe požadovaného nárastu povrchovej drsnosti. Pre požadovaný nárast lesku pri leštení bola zvolená hodnota 100 GU. Aj v tomto prípade bola hodnota zvolená s ohľadom na možnosti procesu pri všetkých skúmaných parametroch. V tab. 4.12 sú uvedené absolútne hodnoty lesku G_{tx} pre jednotlivé vzorky pre stanovený nárast 100 GU. Pre tieto hodnoty lesku boli odčítané z priebehov závislosti lesku od času leštenia príslušné hodnoty času t_x. Na základe známeho času leštenia t_x, potrebného na dosiahnutie nárastu lesku o 100 GU, boli vypočítané hodnoty úberu Am_{tx} a A_{tx} a množstvo potrebnej elektrickej energie E, tak ako to bolo aj v predošlom prípade. Grafické porovnanie získaných hodnôt je na obr. 4.29, obr. 4.30 a obr. 4.31.

VYPOČÍTANÉ HODNOTY ČASU, ÚBERU A ENERGETICKEJ NÁROČNOSTI
PRE NÁRAST ÚROVNE LESKU POVRCHU O 100 GU PRI LEŠTENÍ Tabuľka 4.12

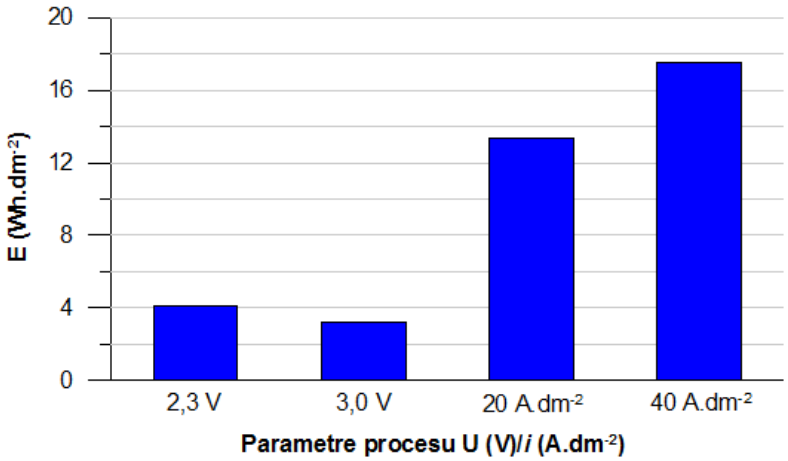
U (V)	**2,3**	**3,0**	5,0	7,5
i (A.dm^{-2})	3,1	6,8	**20**	**40**
G_0 (GU)	30	23	12	22
G_{tx} (GU)	130	123	112	122
t_x (min)	35	9,5	8	3,5
Am_{tx} (mg.dm^{-2})	1051	636	966	770
A_{tx} (μm)	14,4	8,0	12,6	10,5
E (Wh.dm^{-2})	4,16	3,23	13,33	17,50



Obr. 4.29 *Porovnanie hmotnostného úberu materiálu potrebného na nárast povrchového lesku o 100 GU pre jednotlivé parametre elektrochemického leštenia*



Obr. 4.30 *Porovnanie hrúbky odobratej vrstvy potrebnej na nárast povrchového lesku o 100 GU pre jednotlivé parametre elektrochemického leštenia*



Obr. 4.31 *Porovnanie spotrebovanej elektrickej energie potrebnej na nárast povrchového lesku o 100 GU pre jednotlivé parametre elektrochemického leštenia*

Výsledky ukazujú, že aj v tomto prípade je leštenie pri 2,3 V nevýhodné v porovnaní s leštením pri 3,0 V či už z hľadiska produktivity, hodnoty úberu, alebo energetickej náročnosti. Porovnaním hodnôt pre leštenie pri 20 A.dm^{-2} a 40 A.dm^{-2} zisťujeme, že pri vyššej prúdovej hustote výrazne stúpa nielen produktivita, ale paradoxne klesá aj hodnota úberu. Energetická

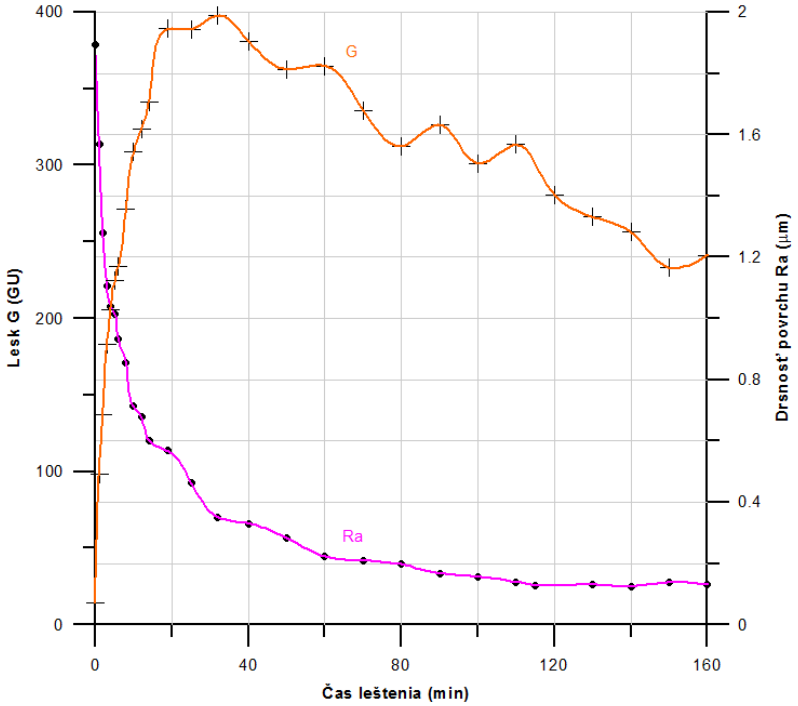
náročnosť je pri 40 $A.dm^{-2}$ prirodzene vyššia, ale len o tretinu. Vzhľadom na zníženie času leštenia z 8 minút na 3,5 minúty je mierne zvýšenie nákladov na elektrickú energiu zanedbateľné.

Porovnaním hodnôt pre leštenia pri 3,0 V a 40 $A.dm^{-2}$ zisťujeme, že pri 3,0 V produktivita výrazne klesá skoro na tretinu, rozdiely v hodnote úberu nie sú veľké, ale spotreba elektrickej energie je viac než päťnásobná. Pri vyšších nárokoch na lesk povrchu sa budú vlastnosti procesu pri 3,0 V zhoršovať v porovnaní s leštením pri 40 $A.dm^{-2}$, vzhľadom na závislosť lesku od času leštenia. Záverom je možné skonštatovať, že optimálnou voľbou pre elektrochemické leštenie je voľba leštenia pri napätí 3,0 V, alebo pri prúdovej hustote 40 $A.dm^{-2}$, v závislosti od zvolených priorít. Nevýhodou leštenia pri 3,0 V je okrem nižšej produktivity nemožnosť dosiahnuť nízke hodnoty drsnosti lešteného povrchu a obmedzená hodnota maximálneho lesku, ktorú možno dosiahnuť pri leštení. Výhodou je nízka energetická náročnosť a rovnomernejší úber materiálu z lešteného povrchu.

5 EXPERIMENTÁLNE SKÚMANIE TECHNOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ PROCESU LEŠTENIA PLAZMOVÝM VÝBOJOM V ELEKTROLYTE

5.1 Skúmanie zmien drsnosti a lesku povrchu

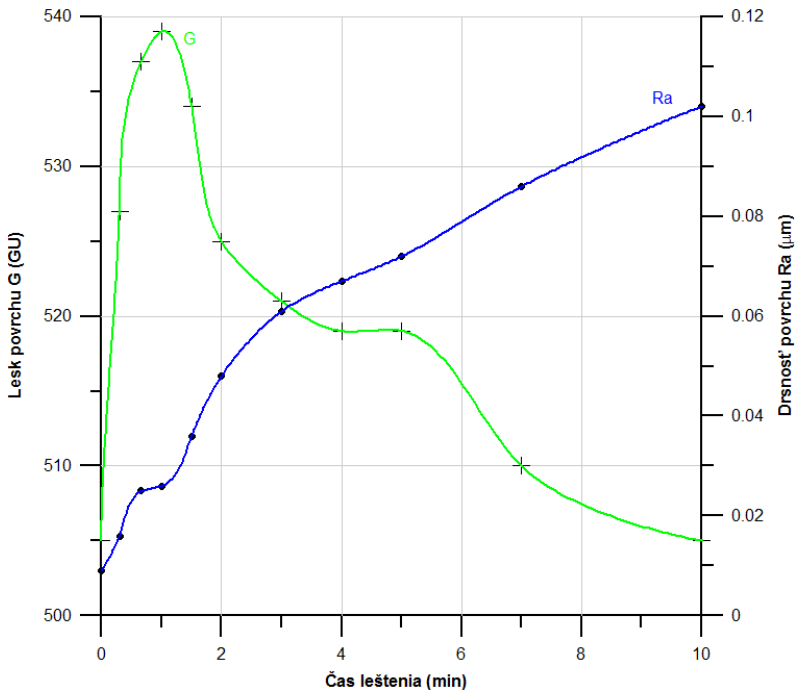
Technologické vlastnosti procesu leštenia plazmovým výbojom v elektrolyte boli hodnotené na základe zmien sledovaných vlastností povrchu vzorky v závislosti od času leštenia tak, ako to bolo aj v prípade elektrochemického leštenia. Vzorka bola teda leštená plazmovým výbojom v elektrolyte v určitých časových intervaloch, po každom intervale leštenia boli zmerané sledované vlastnosti lešteného povrchu. Použité parametre a podmienky pri plazmovom leštení vzoriek boli v súlade s metodikou experimentálnych prác, bližšie sú popísané v časti 3. Priebeh drsnosti lešteného povrchu a priebeh úrovne lesku v závislosti od času leštenia vidieť na obr. 5.1.



Obr. 5.1 *Nárast lesku a pokles drsnosti povrchu vzorky č. 300 v závislosti od času leštenia pri plazmovom leštení v elektrolyte*

Na zobrazených priebehoch vidieť, že úroveň lesku prudko stúpa prvých 19 minút leštenia a potom sa nárast lesku výrazne spomaľuje. Maximálna úroveň lesku 398 GU bola dosiahnutá po 32 minútach leštenia. Po dosiahnutí maxima úroveň lesku postupne klesá s cyklickým výskytom lokálnych extrémov. Naproti tomu pokles drsnosti povrchu vykazuje monotónne klesajúci charakter. Počiatočný prudký pokles drsnosti lešteného povrchu sa postupne spomaľuje a blíži sa k svojej minimálnej hodnote Ra_{MIN}.

Pri skúmaní zákonitostí poklesu drsnosti elektrochemicky lešteného povrchu v kapitole 4.4.1 bolo zistené, že ak východisková drsnosť leštenej plochy má nižšiu hodnotu, než je minimálna hraničná hodnota drsnosti počas leštenia takéhoto povrchu, bude drsnosť povrchu stúpať a postupne sa približovať hodnote hraničnej drsnosti. Na skúmanie toho, či podobná zákonitosť platí aj v prípade plazmového leštenia, bola použitá vzorka č. 16, ktorej povrch bol vybrúsený na nízku drsnosť a mechanicky leštený. Východisková drsnosť vzorky pred leštením mala hodnotu Ra_0 = 0,009 µm a lesk G_0 = 505 GU. Predpokladalo sa, že k najväčším zmenám dôjde v prvých minútach leštenia, preto bola vzorka spočiatku leštená v krátkych časových intervaloch, po dvadsiatich sekundách, neskôr sa tento časový interval predlžoval.



Obr. 5.2 *Grafický priebeh zmeny drsnosti a lesku povrchu po plazmovom leštení na vzorke č. 16 s nízkou východiskovou drsnosťou*

Na obr. 5.2 vidieť, že drsnosť povrchu sa postupom času leštenia zvyšuje a blíži sa k medznej hodnote drsnosti, zistenej v predošlom prípade pri vzorke č. 300. Napriek monotónnemu rastu drsnosti povrchu lesk prudko stúpal až do svojho maxima v prvej minúte leštenia (G_{MAX} = 539 GU) a následne pozvoľna klesal. Po desiatich minútach leštenia úroveň lesku dosiahla hodnotu, ktorú mala vzorka pred leštením plazmovým výbojom v elektrolyte, teda na úroveň, ktorú vzorka dosiahla mechanickým spôsobom leštenia.

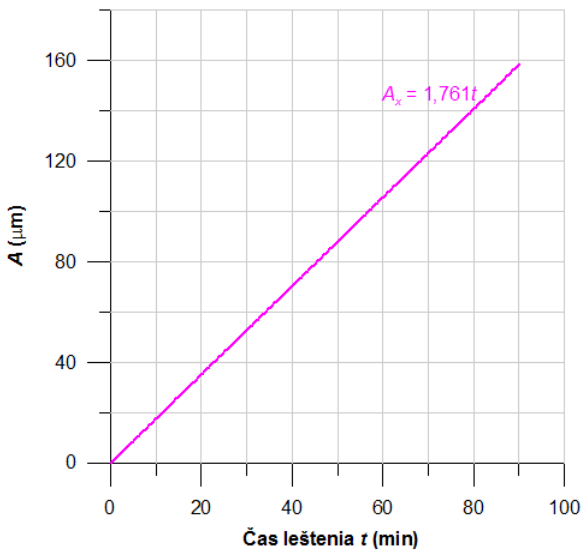
5.2 Hodnotenie úberu materiálu z lešteného povrchu

Aj v tomto prípade bol úber materiálu počas leštenia hodnotený na základe rozdielu hmotností pred leštením a po leštení a jednorozmerná hodnota úberu, t.j. hrúbka odobratej vrstvy, bola určená výpočtom tak, ako je to špecifikované v metodike experimentálnych prác. Vzorka č. 300 bola pred leštením a po každom kroku leštenia vážená na presných váhach. Z nameraných hodnôt hmotností vzorky č. 300 sú v tab. 5.1 uvedené vypočítané hodnoty hrúbky odobratej vrstvy A_x.

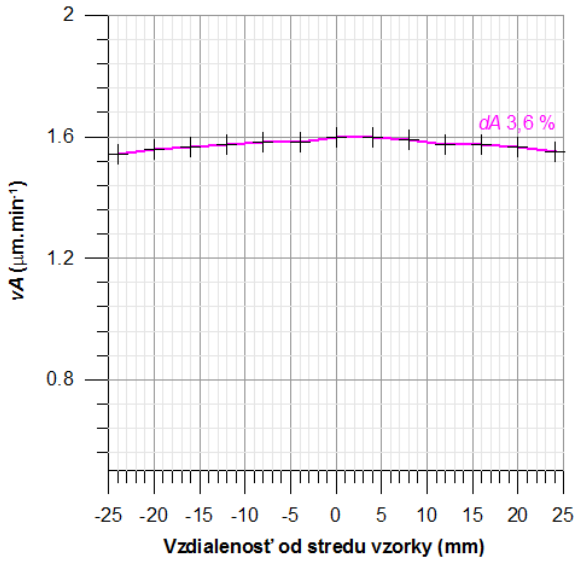
VYPOČÍTANÉ HODNOTY ÚBERU VZORKY č. 300

Tabuľka 5.1

Čas (min)	A_x (µm)	Čas (min)	A_x (µm)
0	0,00	14	24,35
1	2,75	19	33,98
2	5,16	25	43,81
3	7,15	32	55,53
4	8,84	40	69,15
5	10,29	50	86,00
6	11,82	60	104,67
8	14,90	70	123,56
10	18,09	80	142,06
12	21,38	90	159,49



Obr. 5.3 *Hrúbka odobratého materiálu v závislosti od času leštenia*



Obr. 5.4 *Priebeh zmeny rýchlosti úberu v závislosti od polohy na vodorovnej osi vzorky*

Na obr. 5.3 vidieť, že úber materiálu z povrchu vzorky je časovo lineárny podobne, ako to bolo aj pri elektrochemickom leštení. Rýchlosť hmotnostného úberu je však v prípade

plazmového leštenia vyššia a má hodnotu vAm = 141,410 mg.dm^{-2}.min^{-1}, čomu zodpovedá rýchlosť úberu materiálu z lešteného povrchu vA = 1,761 μm.min^{-1}.

NAMERANÉ HRÚBKY VZORKY PO PLAZMOVOM LEŠTENÍ VYPOČÍTANOU HODNOTOU RÝCHLOSTI ÚBERU

Tabuľka 5.2

Vzdialenosť od stredu (mm)	**Hrúbka vzorky (mm)**	***vA* (μm.min^{-1})**
-24	2,642	1,542
-20	2,640	1,558
-16	2,639	1,567
-12	2,638	1,575
-8	2,637	1,583
-4	2,637	1,583
0	2,635	1,600
4	2,635	1,600
8	2,636	1,592
12	2,638	1,575
16	2,638	1,575
20	2,639	1,567
24	2,641	1,550

Hodnotená je aj rovnomernosť úberu materiálu z leštenej plochy na základe zmeny hrúbky vzorky meranej od ľavého okraja vzorky po pravý okraj. Na obr. 5.4 vidieť, že aj v prípade plazmového leštenia existujú rozdiely v rýchlosti úberu materiálu po vodorovnej osi vzorky, ale tieto rozdiely sú minimálne. Namerané hodnoty hrúbok vzorky pri tomto meraní sú uvedené v tab. 5.2.

5.3 Súhrn vybraných vlastností procesu plazmového leštenia

V tab. 5.3 sú zhrnuté charakteristické údaje procesu plazmového leštenia v elektrolyte na základe výsledkov experimentov uvedených v predchádzajúcich častiach práce. Sú tu uvedené parametre, ktoré boli hodnotené aj v prípade elektrochemického leštenia. Hraničná hodnota drsnosti povrchu Ra_{MIN} udáva najnižšiu dosiahnuteľnú hodnotu drsnosti lešteného povrchu a keď je drsnosť lešteného povrchu nižšia než táto hodnota, leštením sa drsnosť povrchu postupne zvyšuje až na túto hodnotu. G_{MAX} je maximálna hodnota lesku dosiahnutá leštením po čase $t_{G\text{-}MAX}$, ďalším leštením úroveň lesku už len klesá. Hodnota vA_m uvádzaná v tabuľke vyjadruje rýchlosť úberu materiálu v hmotnostných jednotkách z 1 dm^2 leštenej plochy. Táto hodnota vychádza priamo z rozdielu hmotností pred leštením a po leštení vzoriek. Naopak hodnota vA vyjadruje, aká hrúbka materiálu sa odoberie z leštenej plochy za jednotku

času a je stanovená výpočtom tak, ako je to uvedené v časti 3.4. Hodnota nerovnomernosti úberu *dA* udáva relatívny nárast hodnoty úberu na okrajoch vzorky vzhľadom na jej stred. V tabuľke sú ďalej uvedené hodnoty relatívneho poklesu drsnosti povrchu ΔRa_{10} a nárast lesku povrchu ΔG_{10} po prvých 10 minútach plazmového leštenia.

SÚHRN VYBRANÝCH VLASTNOSTÍ PROCESU PLAZMOVÉHO LEŠTENIA Tabuľka 5.3

Ra_{MIN} (μm)	G_{MAX} (GU)	$t_{G\text{-}MAX}$ (min)	vA_m (mg.dm^{-2}.min^{-1})	vA (μm.min^{-1})	dA (%)	ΔRa_{10} (%)	ΔG_{10} (GU)
0,125	398	32	141,41	1,761	3,6	62	294

5.4 Hodnotenie stavu vyčerpanosti elektrolytu a jeho vplyvu na vlastnosti procesu

Postupným používaním elektrolytu sa mení jeho zloženie, čo vedie k zmene vlastností procesu leštenia. Miera tohto vplyvu bola skúmaná pri elektrochemickom leštení porovnaním úrovne lesku a poklesu povrchovej drsnosti vzoriek leštených zhodným spôsobom s tým rozdielom, že jedna vzorka bola leštená v čerstvo pripravenom elektrolyte, druhá až po ukončení všetkých experimentov. Tieto výsledky pre elektrochemické leštenie sú uvedené v závere kapitol 4.4.1 a 4.4.2. Všetky vzorky, držiaky vzoriek aj ďalšie kovové časti, ktoré boli ponorené do elektrolytu, boli zvážené pred ich prvým použitím a potom po ukončení experimentálnych prác. Na základe rozdielu hmotností bolo zistené, že v použitom elektrolyte bolo leštením ubratých 325,17 g kovu. V pracovnej nádobe sa nachádza 17 l elektrolytu, z čoho vychádza, že množstvo rozpusteného kovu v jednom litri elektrolytu činí 19,13 g.l^{-1}. Aby bolo možné výsledky získané pri elektrochemickom leštení porovnávať s plazmovým leštením, bolo potrebné zaistiť zhodný stupeň vyčerpanosti elektrolytu. V súlade s navrhnutým postupom uvedeným v metodike experimentálnych prác, vyčerpanosť elektrolytu sa bude posudzovať veľkosťou definovane vyleštěného povrchu pre obe technológie. Definovane vyleštený povrch v danom prípade znamená, že tento bude leštený tak, aby úroveň lesku stúpla presne o 150 GU, čo predstavuje obvykle dosahovanú hodnotu pri komerčnom leštení. Na to, aby sa takto zvýšil lesk lešteného povrchu, je treba tento leštiť istý čas pri zvolených parametroch procesu. Na stanovenie tohto časového intervalu poslúži závislosť lesku od času leštenia (obr. 4.15), ktorá bola experimentálne získaná pre elektrochemické leštenie pri 40 A.dm^{-2}. Konkrétny čas leštenia pre špecifikovaný nárast lesku je 5 minút 45 sekúnd. Množstvo kovu odobratého procesom pri danej prúdovej hustote za jednu minútu leštenia z jednotkovej plochy vA_m je 220,034 mg.dm^{-2}.min^{-1} – tab. 4.10. Počas 5 minút 45 sekúnd bude z leštenej plochy odobratých celkovo 1,274 g.dm^{-2}. Z podielu celkového množstva rozpusteného kovu v jednom litri elektrolytu

(19,13 g.l^{-1}) a množstva kovu odoberaného pri leštení z jedného decimetra štvorcového povrchu (1,274 g.dm^{-2}) dostávame veľkosť fiktívnej leštenej plochy 15,01 dm^2.l^{-1}.

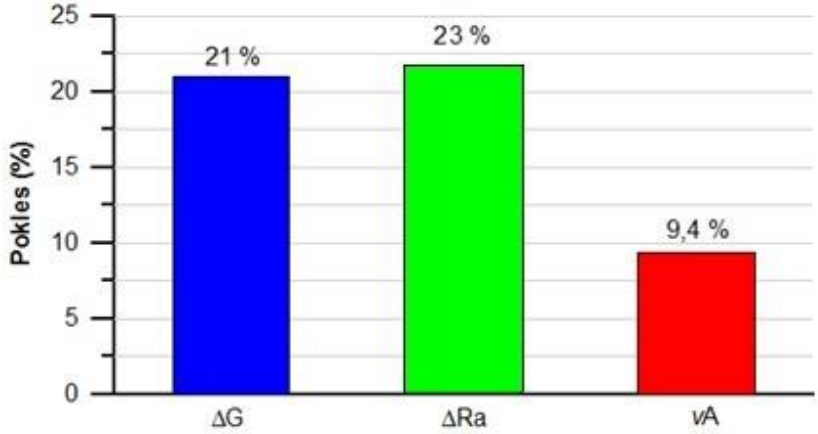
Aby bolo možné pripraviť elektrolyt so zhodným stupňom vyčerpanosti, je treba vypočítať, aké množstvo kovu odoberie elektrolyticko-plazmový proces z lešteného povrchu veľkosti 15 dm^2 na každý liter použitého elektrolytu, ak sa čas leštenia zvolí tak, aby lesk leštenej plochy stúpol o 150 GU. Na základe závislosti úrovne lesku od času leštenia pre plazmové leštenie (obr. 5.1) zodpovedá nárastu lesku o 150 GU čas leštenia 2 minúty 36 sekúnd. Rýchlosť hmotnostného úberu pri plazmovom leštení má podľa tab. 5.5 hodnotu 141,41 mg.dm^{-2}.min^{-1}. Pre použité množstvo elektrolytu 48 litrov má mať hmotnosť odlešteného kovu hodnotu 250,5 g. To znamená, že na prípravu elektrolytu požadovaného stupňa vyčerpanosti treba v čerstvo pripravenom elektrolyte leštiť nejaké objekty z antikoróznej ocele dovtedy, kým ich celková hmotnosť neklesne o 250,5 g. Na experiment bol reálne použitý elektrolyt, v ktorom bolo odleštených 266,2 g antikoróznej ocele, teda jeho stupeň vyčerpanosti bol o niečo vyšší, než to bolo v prípade elektrolytu pre elektrochemické leštenie.

Na posúdenie vplyvu stavu vyčerpanosti elektrolytu na vlastnosti lešteného povrchu bola vzorka č. 90 leštená 5 minút v použitom elektrolyte tak, ako je to uvedené v predošlom odseku. Namerané hodnoty lesku, drsnosti a úberu sú uvedené v tab. 5.6 spolu s hodnotami nameranými na vzorke č. 70, leštenej v čerstvo pripravenom elektrolyte tiež 5 minút. Leštenie v použitom elektrolyte v porovnaní s leštením v novom elektrolyte prinieslo zníženie nárastu lesku ΔG z hodnoty 230 GU na 182 GU, čo predstavuje pokles o 21 %. Relatívny pokles drsnosti počas 5 minút leštenia v novom elektrolyte mal hodnotu 47 %, v použitom 36 %. Rozdiel v poklese drsnosti je 23 %. Rýchlosť úberu v novom elektrolyte má hodnotu 2,10 μm.min^{-1}, v použitom 1,9 μm.min^{-1}, čo predstavuje pokles o 9,4 %. Na obr. 5.5 je graficky znázornený vplyv stavu elektrolytu na skúmané vlastnosti procesu.

HODNOTY LESKU, DRSNOSTI, HMOTNOSTI A VYPOČÍTANÉHO ÚBERU PRE VZ. č. 70 LEŠTENÚ V NOVOM ELEKTROLYTE A VZ. č 90 LEŠTENÚ V ELEKTROLYTE S OBSAHOM ODLEŠTENÉHO KOVU 5,55 g.l^{-1} ELEKTROLYTU

Tabuľka 5.4

Stav elektrolytu	**Ra (μm)**		**G (GU)**		**m (g)**		A_5 **(μm)**	***vA*** **(μm.min^{-1})**
	Ra_0	Ra_5	G_0	G_5	m_0	m_5		
nový	2,031	1,1	14,8	245	54,568	54,119	10,49	2,1
použitý	1,616	0,892	11,4	193	55,687	55,272	9,50	1,9



Obr. 5.5 *Vplyv úrovne vyčerpanosti elektrolytu na sledované vlastnosti procesu plazmového leštenia*

6 DISKUSIA ZÍSKANÝCH VÝSLEDKOV

Finálnym cieľom experimentálnych prác v rámci predloženej práce je porovnanie procesu plazmového leštenia v elektrolyte s procesom elektrochemického leštenia z hľadiska ich technologických možností pri leštení antikoróznych ocelí. Vzhľadom na skutočnosť, že s technológiou elektrochemického leštenia neboli doposiaľ na riešiteľskom pracovisku žiadne praktické skúsenosti, väčšia časť experimentálnych prác bola venovaná práve štúdiu procesu elektrochemického leštenia. Základným krokom pri riešení zadanej témy bolo analyzovať dostupné informácie a poznatky z domácich a zahraničných publikácií ohľadom zloženia elektrolytu pre elektrochemický proces leštenia. Elektrolyty pre elektrochemické leštenie antikoróznych ocelí sú tvorené najmä zmesami koncentrovaných kyselín a doplnkového množstva vody. Z uskutočnenej analýzy vyplýva, že z kyselín má majoritné postavenie kyselina fosforečná a sírová, ale okrem nich sa používajú aj iné kyseliny a ďalšie chemické látky anorganického aj organického pôvodu. Pri výbere elektrolytu pre experimentálne práce boli hlavným kritériom bezpečnosť a nízka prevádzková teplota elektrolytu. Bol zvolený roztok v zložení 64 % H_3PO_4, 13% H_2SO_4 a 23% H_2O, ktorý má odporúčanú pracovnú teplotu 40 °C (74). Všetky výsledky pre elektrochemické leštenie uvádzané v rámci tejto práce boli získané využitím tohto roztoku.

V niektorých publikáciách sa uvádza, že proces elektrochemického leštenia dosahuje najlepšie výsledky v oblasti tzv. nelinearity, čo je vodorovný úsek na voltampérovej charakteristike procesu (3). V prácach iných autorov sa uvádza, že výhodnejšia je voľba pracovného bodu až za týmto úsekom voltampérovej charakteristiky (2, 41). Konkretizovať hodnoty napätia pre tieto oblasti voltampérovej charakteristiky je možné až po zostrojení tejto charakteristiky pre zvolený elektrolyt a materiál elektród. Aby bola situácia zložitejšia, v niektorých publikáciách je odporúčané proces leštenia viesť pri vyšších prúdových hustotách, ktoré zodpovedajú výrazne vyšším hodnotám napätia na voltampérovej charakteristike, než je to v prípade vyššie definovanej oblasti. Pre elektrolyt podobného zloženia, ako je použitý pri experimentoch v rámci tejto práce, sa v prameni (74) uvádza odporučená prúdová hustota v rozsahu 30 až 60 $A.dm^{-2}$. Rozhodnúť o najvhodnejšej voľbe pracovného bodu pre elektrochemické leštenie je teda možné až na základe experimentálneho skúmania vlastností procesu pri rôznych hodnotách napätia na elektródach, resp. rôznych hodnotách prúdovej hustoty.

Experimentálne získaná voltampérová charakteristika pre teplotu elektrolytu 40 °C je na obr. 5.1, kde sú zobrazené dva priebehy. Priebeh 1, zobrazený modrou čiarou, predstavuje

hodnoty prúdovej hustoty zmerané okamžite po zapnutí zdroja jednosmerného prúdu, priebeh 2, zobrazený červenou čiarou, predstavuje hodnoty prúdovej hustoty po jej ustálení. Pri hodnote napätia na elektródach 2,22 V sa začína tvorba viskóznej vrstvy pasivačného filmu na anóde. Rastúcou hrúbkou pasivačného filmu narastá jeho elektrický odpor, čo vedie k poklesu prúdovej hustoty a po určitom čase k jej ustáleniu. Ako bolo uvedené vyššie, v tejto časti voltampérovej charakteristiky by mal existovať vodorovný úsek, keď sa prúdová hustota zvyšovaním napätia na elektródach v podstate nemení. V tejto oblasti vykazuje pasivačný film najväčšiu hrúbku a najvyššiu stabilitu (2, 3). Na voltampérovej charakteristike na obr. 4.1 takúto oblasť nevidieť, je nahradená oblasťou lokálneho minima. Dôvodom toho je skutočnosť, že napätie pri meraní bodov pre konštrukciu voltampérovej charakteristiky nebolo možné z technických dôvodov meniť v dostatočne jemných krokoch. Šírka oblasti medzi krivkou 1 a 2 sa zvyšovaním napätia na elektródach zužuje, čo je spôsobené poklesom hrúbky pasivačného filmu. Dôvodom je intenzifikácia tvorby plynových bublín, ktoré mechanicky rozrušujú pasivačný film (41), čím klesá jeho hrúbka, a tým aj hodnota poklesu prúdovej hustoty. Proces tvorby bublín a proces tvorby pasivačného filmu sa po určitom čase dostáva do rovnováhy, čomu zodpovedá určitá ustálená hrúbka filmu. Tvar a priebeh voltampérovej charakteristiky je závislý od teploty elektrolytu tak, ako je to zrejmé z obr. 4.5. Túto závislosť pre lineárnu časť charakteristiky vyjadrujú matematické vzťahy (9) a (10), odvodené pre konkrétne použitý elektrolyt na základe experimentálne získaných hodnôt (kap. 4.3).

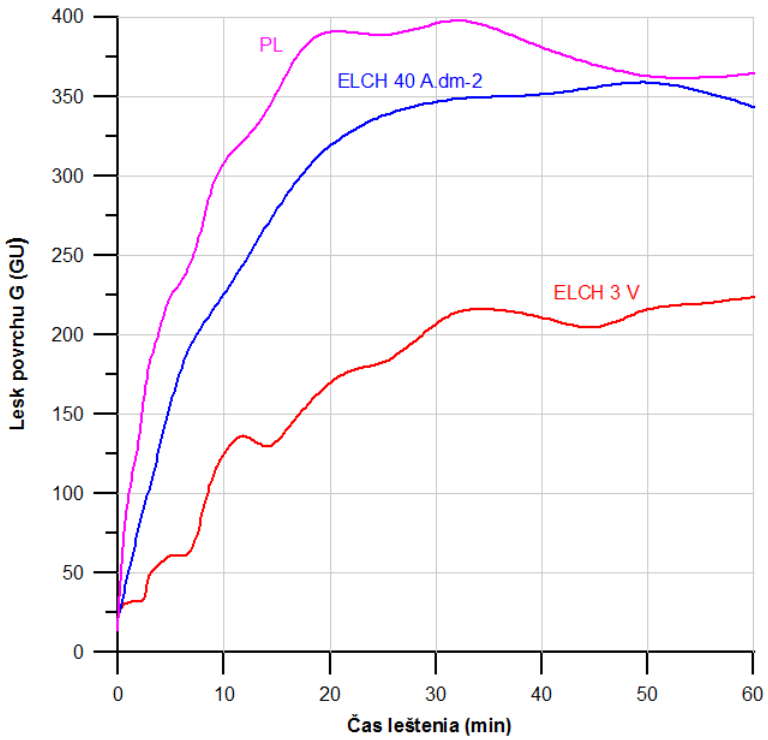
Na základe prieskumu literárnych zdrojov a následnej analýzy získaných informácií bolo zvolených niekoľko rozdielnych skupín parametrov (napätie / prúdová hustota) na skúmanie elektrochemického procesu leštenia. Prvou voľbou je napätie na elektródach s hodnotou 2,3 V, ktorá sa nachádza v oblasti vodorovnej časti voltampérovej charakteristiky (oblasť nelinearity). Ďalšia hodnota napätia, ktorá bola zvolená na skúmanie vlastností procesu, je 3,0 V. Je to hodnota, ktorá leží tesne za oblasťou vodorovnej časti voltampérovej charakteristiky. Okrem týchto hodnôt voľba padla na ďalšie dve hodnoty z oblasti vyšších prúdových hustôt: 40 $A.dm^{-2}$ a 20 $A.dm^{-2}$. Prehľad o zvolených hodnotách napätia, resp. zvolených hodnotách prúdovej hustoty poskytuje tabuľka tab. 3.4. V nasledujúcom texte sú na základe výsledkov experimentov porovnané vlastnosti elektrochemického procesu leštenia najskôr pre dvojicu hodnôt napätia 2,3 V a 3,0 V, potom pre dvojicu hodnôt prúdovej hustoty 20 $A.dm^{-2}$ a 40 $A.dm^{-2}$.

Na obr. 4.9 a 4.10 sú graficky znázornené priebehy poklesu drsnosti povrchu v závislosti od času leštenia pre elektrochemický proces leštenia, vedený pri 2,3 V a 3,0 V. Napriek malému rozdielu v hodnotách napätia, ktorý činí len 0,7 V, rozdiely v rýchlosti poklesu

povrchovej drsnosti sa rádovo líšia. Takú istú hodnotu poklesu drsnosti povrchu, ktorú proces dosiahne za 10 minút leštenia pri hodnote napätia 3,0 V, dosiahne proces vedený pri 2,3 V zhruba až po 100 minútach leštenia. Nevýhodou leštenia pri nízkych napätiach, t.j. v oblasti nelinearity procesu, je skutočnosť, že nie je možné dosiahnuť ani dlhodobým leštením nízku hodnotu drsnosti lešteného povrchu. Hraničná hodnota drsnosti Ra je v okolí hodnoty 1 μm. Platí to ako pre leštenie pri 2,3 V, tak aj pre leštenie pri 3,0 V. Na obrázkoch obr. 4.9 a 4.10 sú pre obe hodnoty napätia na elektródach znázornené aj priebehy nárastu lesku v závislosti od času leštenia. Podobne ako to bolo v prípade poklesu drsnosti, zvýšenie lesku o rovnakú hodnotu vyžaduje pri leštení s napätím 2,3 V výrazne dlhší čas leštenia, než je to pri napätí 3,0 V. Jedinou výhodou procesu vedenom pri 2,3 V je rovnomernejší účinok procesu na leštenej ploche, čo je zdokumentované pre prípad úberu na obr. 4.12. Rozdiel v hodnote úberu materiálu v strede vzorky a na jej okraji pri 2,3 V je minimálny (dA = 6 %), proces leštenia pri 3,0 V vytvára rozdiel v tejto hodnote viac než štvornásobný (dA = 28 %). Mohlo by sa zdať, že ďalšou výhodou leštenia pri 2,3 V je nízka hodnota úberu, ale vzhľadom na extrémne dlhý čas leštenia, to nie je pravda, ako to dokumentuje obr. 4.27. Dokonca aj celková spotreba elektrickej energie je pri leštení na vopred špecifikovaný pokles drsnosti nižšia pri hodnote napätia 3,0 V než pri hodnote napätia 2,3 V – obr. 4.28. Na základe týchto skutočností je možné skonštatovať, že proces elektrochemického leštenia je z hľadiska jeho skúmaných vlastností výhodnejšie viesť pri napätiach vyšších, než prislúchajú vodorovnej oblasti voltampérovej charakteristiky. Tento záver je v súlade s tvrdením autora publikácie (2) a zároveň v rozpore s informáciami v ďalších publikovaných prácach (3, 74).

Vlastnosti procesu elektrochemického leštenia boli v rámci experimentálnych prác skúmané aj v oblasti vyšších hodnôt prúdovej hustoty. Jedna hodnota sa zvolila z odporučeného rozsahu (74) prúdovej hustoty – 40 A.dm^{-2}, ďalšia hodnota bola zvolená mimo tohto rozsahu – 20 A.dm^{-2}. Priebehy poklesu drsnosti lešteného povrchu a priebehy nárastu úrovne lesku v závislosti od času leštenia pre tieto hodnoty prúdovej hustoty sú zobrazené na obr. 4.15. Na obrázku vidieť, že zvýšenie hodnoty prúdovej hodnoty má za následok zvýšenie rýchlosti nárastu lesku a zároveň aj zvýšenie rýchlosti poklesu povrchovej drsnosti, hoci v prípade drsnosti nie je tento vplyv taký výrazný ako v prípade lesku. Pri vyššej prúdovej hustote narastá aj maximálna hodnota lesku, aj keď tento rozdiel nie je príliš markantný. Podobne je to aj s minimálnou dosiahnuteľnou hodnotou drsnosti lešteného povrchu, pri vyššej prúdovej hustote dosahuje táto o niečo nižšiu hodnotu. Možno skonštatovať, že zmena hodnoty prúdovej hustoty v tejto oblasti parametrov má iba kvantitatívny vplyv na vlastnosti procesu, ktoré sú úmerné tejto zmene.

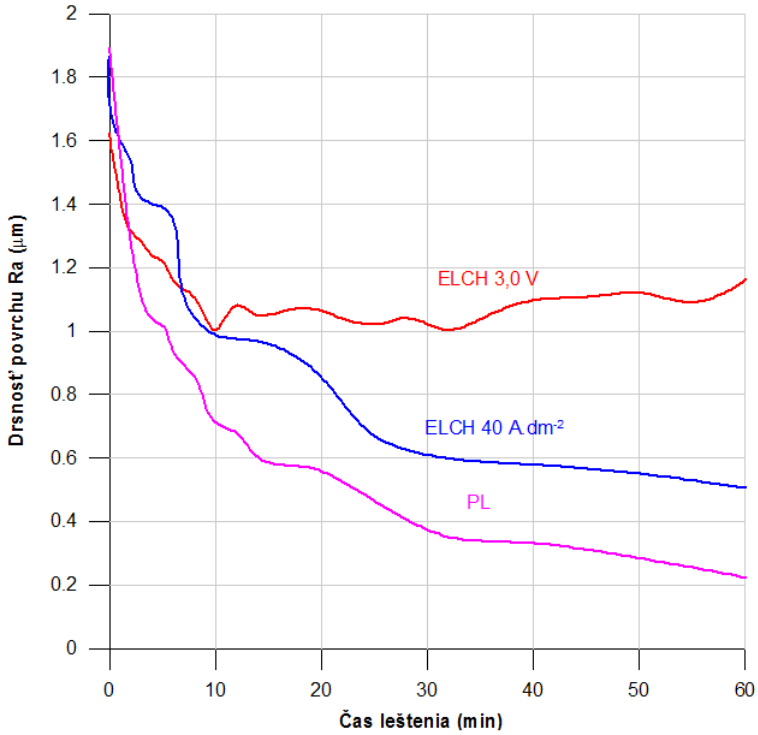
Pri plazmovom leštení nie je možné nejakým spôsobom voliť hodnotu prúdovej hustoty, napríklad zmenou napätia tak, ako je to v prípade elektrochemického leštenia. Vplyv hodnoty napätia na elektródach ovplyvňuje hodnotu prúdovej hustoty len minimálne (13, 14, 17), oveľa výraznejší vplyv na hodnotu prúdovej hustoty má napríklad teplota elektrolytu. Inými slovami, plazmový proces odoberá elektrický prúd „podľa svojej potreby“ a jeho hodnotu nie je možné priamo ovládať. Nevýhodou tejto skutočnosti je to, že výkonom prúdového zdroja je obmedzená veľkosť plochy lešteného povrchu. Pri obmedzenom výkone prúdového zdroja pri elektrochemickom leštení vzhľadom na veľkosť leštenej plochy je možné znížiť hodnotu prúdovej hustoty a tento rozmerný objekt je možné leštiť s rovnakým výsledkom ako pri vyššej prúdovej hustote, len si to vyžaduje dlhší čas leštenia.



Obr. 6.1 *Priebehy nárastu úrovne lesku pri plazmovom (PL) a elektrochemickom leštení (ELCH)*

Vlastnosti procesu leštenia plazmovým výbojom v elektrolyte boli hodnotené tiež na základe závislostí poklesu drsnosti a nárastu úrovne lesku lešteného povrchu v závislosti od času leštenia tak, ako to bolo aj v prípade elektrochemického leštenia. Priebeh nárastu úrovne lesku a pokles povrchovej drsnosti v závislosti od času leštenia pre proces plazmového leštenia je na obr. 5.1. Na obrázku vidieť, že najväčšie zmeny na leštenom povrchu nastávajú v prvých minútach leštenia. Pokles drsnosti má logaritmický priebeh a jej hodnota sa postupne približuje hraničnej hodnote drsnosti. Nárast lesku dosahuje svoje maximum a jeho hodnota potom pozvoľna klesá. Aj tieto priebehy potvrdzujú skutočnosť zistenú pri elektrochemickom

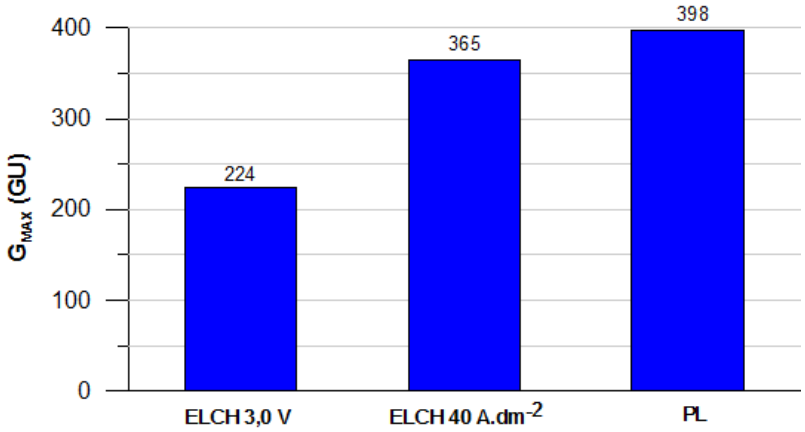
leštení, že lesk lešteného povrchu nie je v priamom súvise s poklesom povrchovej drsnosti. Na obr. 6.1 sú vynesené priebehy nárastu lesku pre plazmové aj elektrochemické leštenie. Porovnaním týchto závislostí vidíme, že výhodou plazmového leštenia v porovnaní s elektrochemickým leštením je výrazne strmší nárast lesku, tým aj kratší čas leštenia, čo vedie k vyššej produktivite. Podobná je situácia aj v prípade poklesu povrchovej drsnosti, čo dokumentuje obr. 6.2.



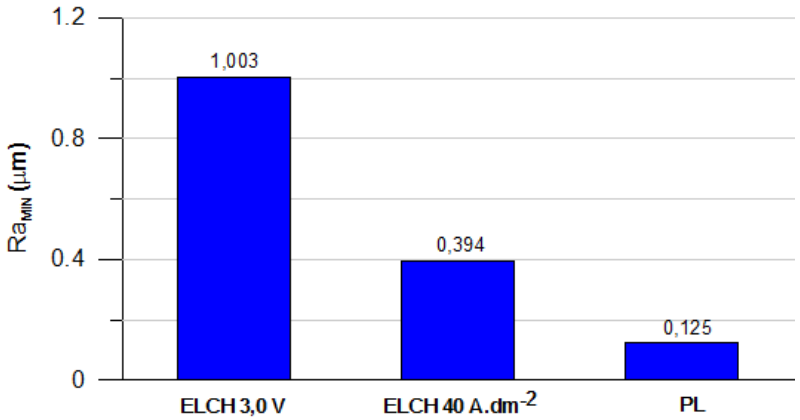
Obr. 6.2 *Priebehy poklesu drsnosti povrchu pri plazmovom (PL) a elektrochemickom leštení (ELCH)*

Rozdiely medzi jednotlivými spôsobmi leštenia sú aj v maximálnej hodnote úrovne lesku, ktorú môže proces na leštenom povrchu dosiahnuť. Tieto rozdiely je možné porovnať na obr. 6.3. Vidieť, že najvyššiu hodnotu pre maximálny možný lesk povrchu poskytuje proces plazmového leštenia v elektrolyte. Naopak, voľbou elektrochemického leštenia pri 3,0 V nemôžeme očakávať, že sa dosiahne vysoký lesk povrchu ani po dlhodobom leštení. Na základe výsledkov experimentu (obr. 5.2), pri ktorom bola procesom plazmového leštenia leštená vzorka, ktorej povrch bol vopred mechanicky vyleštený, môžeme predpokladať, že maximálna dosiahnuteľná hodnota lesku nebude závisieť len od vlastností samotného procesu, ale bude ovplyvnená aj okamžitou hodnotou drsnosti lešteného povrchu. Na obr. 6.4 sú graficky porovnané hodnoty minimálnej hodnoty drsnosti povrchu, ktoré ten ktorý proces môže dosiahnuť. Pri povrchoch s nižšou drsnosťou, než je táto hraničná hodnota, bude pri leštení

drsnosť povrchu narastať či už v prípade plazmového leštenia v elektrolyte, alebo elektrochemického leštenia.



Obr. 6.3 *Porovnanie maximálnej úrovne lesku, ktorú môže proces pri plazmovom (PL) a elektrochemickom (ELCH) leštení dosiahnuť*



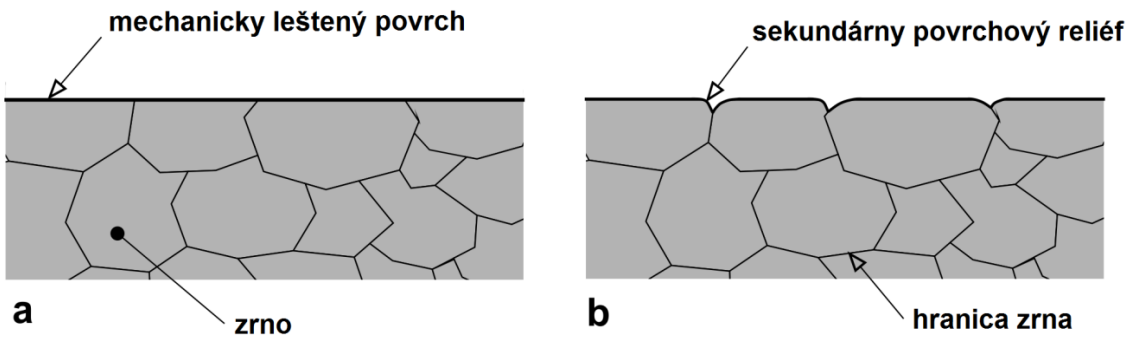
Obr. 6.4 *Porovnanie minimálnej hraničnej hodnoty drsnosti, ktorú môže proces pri plazmovom (PL) a elektrochemickom (ELCH) leštení dosiahnuť*

Minimálna hodnota drsnosti povrchu, ktorú môže proces plazmového leštenia dosiahnuť, je rádovo nižšia, než je to v prípade elektrochemického leštenia pri 3,0 V. Skutočnosť, že aj pri plazmovom leštení existuje určitá limitná hodnota drsnosti povrchu, je možné vysvetliť nasledovnou hypotézou. V priebehu procesu leštenia prebiehajú na leštenom povrchu súčasne dva na sebe nezávislé deje:

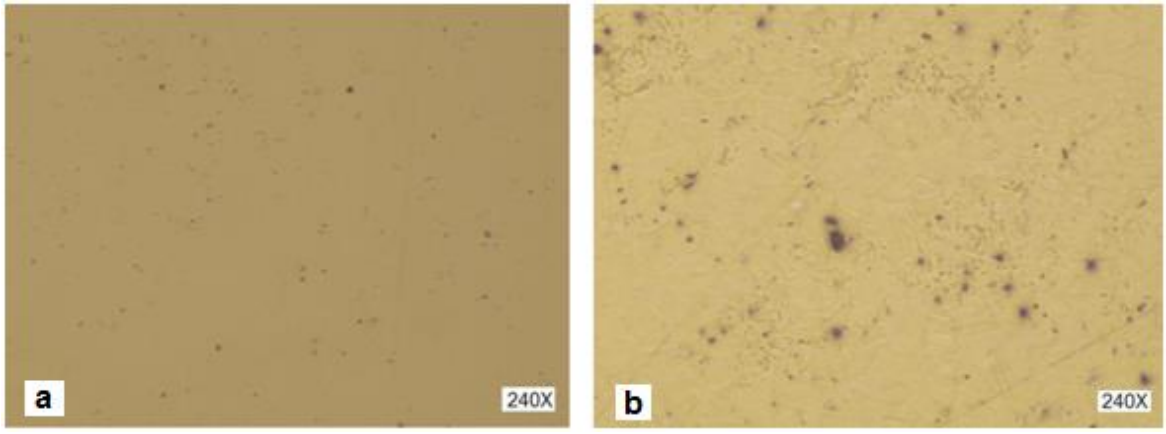
- proces postupne odstraňuje vyvýšené časti povrchového reliéfu, tak, ako je tento mechanizmus popísaný v časti 1.5.2, čo vedie k postupnému znižovaniu drsnosti lešteného povrchu;

- proces prednostne uberá materiál z hraníc zŕn, čím sa tieto odhaľujú a postupne prehlbujú, čím vzniká sekundárna drsnosť lešteného povrchu, čo vedie k postupnému zvyšovaniu jej drsnosti.

Podľa toho, či v danom okamihu procesu leštenia prevláda prvý alebo druhý mechanizmus, rastie alebo klesá výsledná hodnota drsnosti povrchu. Mechanizmus tvorby sekundárneho povrchového reliéfu na leštenom povrchu dokumentuje obr. 6.5. Na obr. 6.6a je zobrazený záber, získaný optickým mikroskopom, na povrch vzorky č. 63, ktorá bola vopred mechanicky vyleštená (Ra = 0,009 μm, G = 505 GU) a následne leštená plazmovým procesom. Na obr. 6.6b vidieť hranice zŕn materiálu aj bez chemického leptania. Hranice zŕn sú zviditeľnené práve procesom plazmového leštenia, ktorý materiál prednostne uberá z hraníc zŕn, vytvára tak v týchto miestach priehlbne, pozorovateľné optickým mikroskopom.



Obr. 6.5 *Mechanizmus tvorby sekundárneho povrchového reliéfu na mechaniky vyleštenom povrchu počas procesu plazmového leštenia v elektrolyte*



Obr.6.6 *Povrch vzorky č. 16 pod optickým mikroskopom (bez leptania)*
a – pred plazmovým leštením, b – po 10 minútach plazmového leštenia

Jednou z možností vzájomného porovnania skúmaných vlastností procesu plazmového a elektrochemického leštenia na základe experimentálne získaných hodnôt je porovnanie sledovaných zmien vlastností povrchu vztiahnutých na jednotku času leštenia. Napríklad bolo by

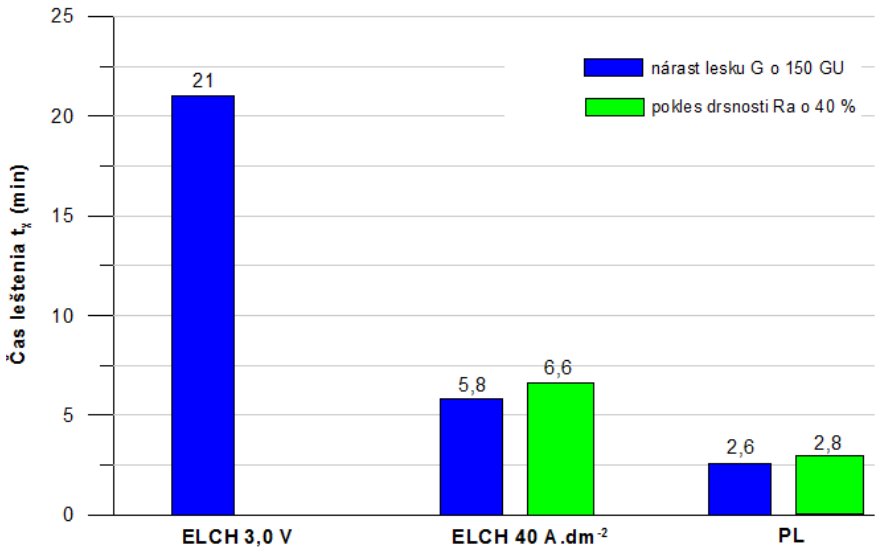
možné porovnávať hodnoty rýchlosti poklesu povrchovej drsnosti alebo hodnoty rýchlosti nárastu úrovne lesku pre oba procesy. Pretože sú tieto priebehy nelineárne závislé od času leštenia vzájomný pomer týchto hodnôt pre rôzne zvolené časy leštenia by bol rozdielny. Výhodnejšou možnosťou porovnávania je prístup, pri ktorom sa vopred špecifikuje, akú kvantitatívnu zmenu povrchu má priniesť proces leštenia. Napríklad sa stanoví, že výsledkom leštenia má byť určitý špecifikovaný nárast lesku alebo pokles drsnosti lešteného povrchu. Potom sa na základe známych, experimentálne získaných závislostí nárastu lesku, alebo poklesu drsnosti od času leštenia, určí potrebný čas leštenia. A na základe známej hodnoty času, potrebnej na dosiahnutie vytýčenej zmeny lešteného povrchu, je potom možné vypočítať ďalšie parametre a ukazovatele, na základe ktorých je možné vzájomne porovnávať vlastnosti jednotlivých spôsobov leštenia. Takýto prístup má oveľa vyššiu výpovednú hodnotu z hľadiska praktického využitia získaných poznatkov než porovnávanie hodnôt vztiahnutých na určitý čas leštenia. Pri komerčnom leštení povrchu výrobkov z antikoróznych ocelí sa len výnimočne požaduje leštenie do maximálneho možného lesku. Takéto leštenie je časovo, a teda aj finančne veľmi náročné. Obvykle sa volí kompromis medzi nárastom lesku a cenou za leštenie. Na základe skúseností s praktickým využívaním technológie plazmového leštenia v elektrolyte v rámci podnikateľskej činnosti fakulty vieme, že vo väčšine prípadov sa požaduje nárast lesku lešteného povrchu zhruba o 120 GU až 150 GU. Ak je prioritou pri leštení drsnosť povrchu, obvykle sa dosahuje asi 40 %-ný pokles.

Záverečné porovnanie technologických vlastností oboch procesov bude uskutočnené na základe dvoch zvolených kritérií. V prvom prípade sa stanoví čas leštenia tak, aby sa dosiahol vyžadovaný nárast lesku o 150 GU, v druhom pokles drsnosti lešteného povrchu o 40 %. Na základe známych závislostí nárastu lesku a poklesu drsnosti od času leštenia, zistených v rámci experimentálnych prác sa určil potrebný čas leštenia pre jednotlivé spôsoby leštenia. Tieto hodnoty sú uvedené v tabuľke tab. 6.1, kde sú zároveň uvedené aj vypočítané hodnoty úberu. Na obr. 6.7 sú porovnané potrebné časy leštenia pre elektrochemické leštenie pri nízkom napätí (3,0 V), pre elektrochemické leštenie pri prúdovej hustote 40 $A.dm^{-2}$ a pre plazmové leštenie v elektrolyte. Pri každom z týchto prípadov sú zobrazené dva stĺpce, prvý z nich vyjadruje čas potrebný na zvýšenie lesku lešteného povrchu o 150 GU, druhý stĺpec vyjadruje čas potrebný na pokles drsnosti lešteného povrchu o 40 %. Výnimkou je elektrochemické leštenie napätí 3,0 V, kde sa nachádza len jeden stĺpec, lebo pri 3,0 V sa nedosiahne 40 %-ný pokles drsnosti ani pri dlhotrvajúcom leštení.

PARAMETRE PROCESOV, PRI KTORÝCH NASTANE POKLES **Ra** O 40 % A NÁRAST **G** O 150 GU

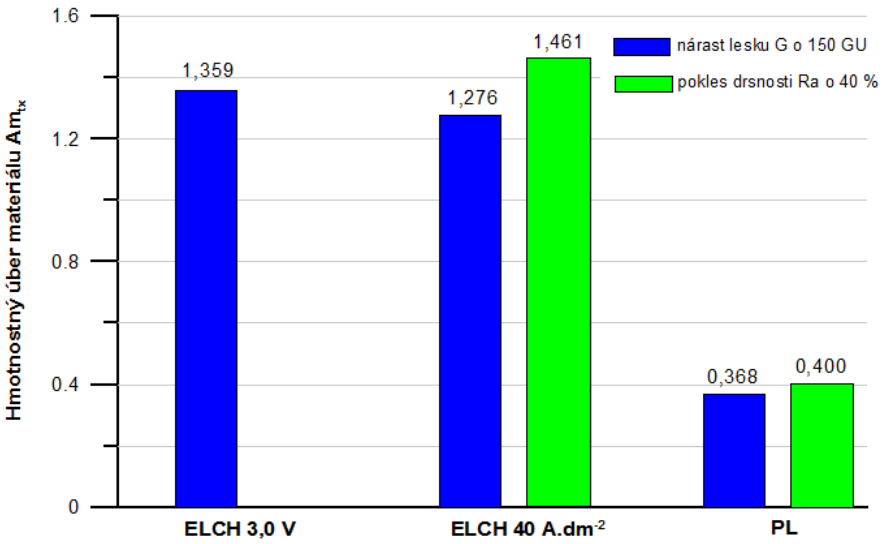
Tabuľka 6.1

Proces	ELCH 3,0 V	ELCH 40 A.dm^{-2}	PL
vAm (mg.dm^{-2}.min^{-1})	64,73	220,00	141,41
vA (mm.min^{-1})	0,862	2,982	1,761
Ra_0 (µm)	1,623	1,867	1,894
Ra_{tx} (µm)	0,974	1,120	1,135
t_x (min)	—	6,64	2,83
Am_{tx} (mg.dm^{-2})	—	1,461	0,400
A_{tx} (µm)	—	19,800	4,984
G_0 (GU)	23	22	14
G_{tx} (GU)	173	172	164
t_x (min)	21,0	5,8	2,6
Am_{tx} (mg.dm-2)	1,359	1,276	0,368
A_{tx} (µm)	18,102	17,296	4,579

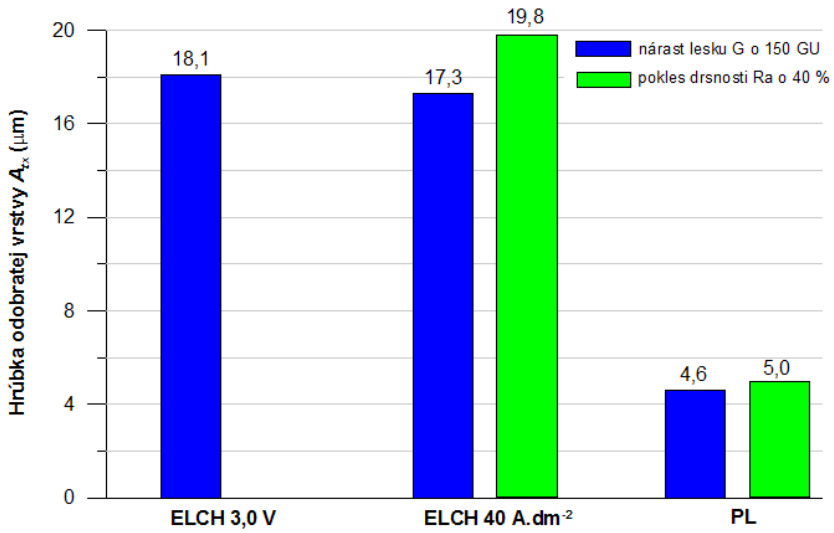


Obr. 6.7 *Porovnanie času leštenia potrebného na dosiahnutie nárastu úrovne lesku o 150 GU a poklesu povrchovej drsnosti o 40 %*

Najkratší čas leštenia vyžaduje plazmové leštenie v elektrolyte. Požadovaný nárast lesku sa dosiahne po dvoch minútach a 36 sekundách leštenia, pre požadovaný pokles drsnosti sú to dve minúty 50 sekúnd. Je to menej než polovica času potrebného pre elektrochemické leštenie pri 40 A.dm^{-2} a osmina času potrebného pre leštenie pri troch voltoch. Počas plazmového leštenia proces z každého decimetra štvorcového lešteného povrchu odoberie materiál v množstve 0,37 mg, resp. 0,40 mg (obr. 6.8), čomu zodpovedá hrúbka odstránenej vrstvy 4,6 µm a 5,0 µm (obr. 6.9). Pri elektrochemickom leštení sa dosahuje v porovnaní s plazmovým procesom skoro štvornásobný úber materiálu z lešteného povrchu.



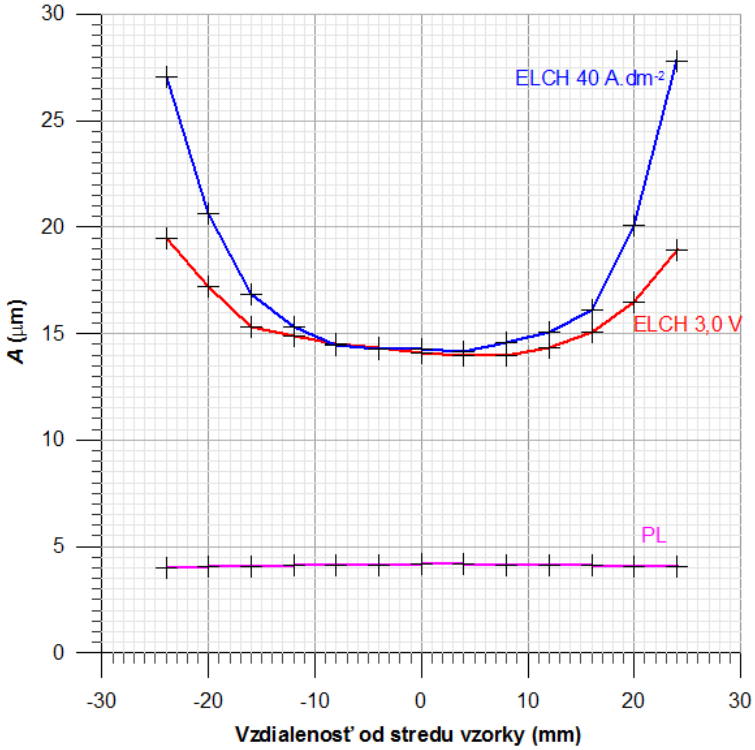
Obr. 6.8 *Porovnanie množstva odobratého materiálu pri leštení pri požadovanom nárraste lesku o 150 GU a poklese povrchovej drsnosti o 40 %*



Obr. 6.9 *Porovnanie hrúbky vrstvy odobratého materiálu pri leštení pri požadovanom nárraste lesku o 150 GU a poklese povrchovej drsnosti o 40 %*

Je vo všeobecnosti známe, že pri elektrochemickom leštení zohráva významnú rolu z hľadiska rovnomernosti účinku procesu veľkosť, poloha, rozmery a vzdialenosť katód vzhľadom na leštenú plochu. Uvedené skutočnosti vplývajú na tvar a rozloženie elektrického poľa v okolí lešteného objektu, a tým aj na lokálnu hustotu elektrického prúdu. Citlivosť na tieto podmienky pre jednotlivé spôsoby leštenia bola hodnotená na základe zmien lokálnej hodnoty úberu, pretože hodnota úberu je úmerná hustote elektrického prúdu a je zároveň lineárne závislá aj od času leštenia. Aby sa vylúčil vplyv držiaka v hornej časti vzorky a prípadný vplyv hydrostatického tlaku, hodnota úberu je skúmaná na vodorovnej osi vzorky vzhľadom na polohu, pri ktorej bola vzorka upevnená počas leštenia. Experimentálne získané výsledky pre

elektrochemický proces sú uvedené na obr. 4.23, pre plazmové leštenie v elektrolyte na obr. 5.4. Vzájomná poloha a rozloženie elektród pri leštení boli pri všetkých experimentoch vykonaných v rámci tejto práce rovnaké. Leštená vzorka sa vždy nachádzala v geometrickom strede pracovnej nádoby s elektrolytom, medzi dvoma rovnobežnými platňami, tvoriacimi katódy elektrolytického obvodu. Plocha povrchu katód bola výrazne väčšia než plocha povrchu anódy, t.j. plocha leštenej vzorky s držiakom. Pri elektrochemickom leštení mala každá z dvoch katód plošný obsah svojho ponoreného povrchu pod hladinu elektrolytu 7,4 dm^2, pri plazmovom leštení to bolo 2 x 9 dm^2, vzdialenosť lešteného povrchu od katódy bola pri elektrochemickom leštení 90 mm, pri plazmovom leštení bola táto vzdialenosť 75 mm a možno teda podmienky pri leštení považovať za podobné. Pri takomto geometrickom usporiadaní elektród je elektrické pole medzi elektródami nerovnomerne rozložené a na okrajoch vzorky bude hustota elektrického prúdu pri elektrochemickom leštení prevyšovať jej hodnotu v geometrickom strede. Na obr. 6.10 možno vzájomne porovnať absolútne hodnoty úberu pre jednotlivé spôsoby leštenia, ako aj zmenu hodnoty úberu od stredu vzorky smerom k jej okrajom. Tieto priebehy boli zostrojené na základe experimentálne získaných údajov, uvedených v kapitolách 4.4.3 a 5.2, prepočítaných na dobu leštenia, potrebného na zvýšenie úrovne lesku o 150 GU.



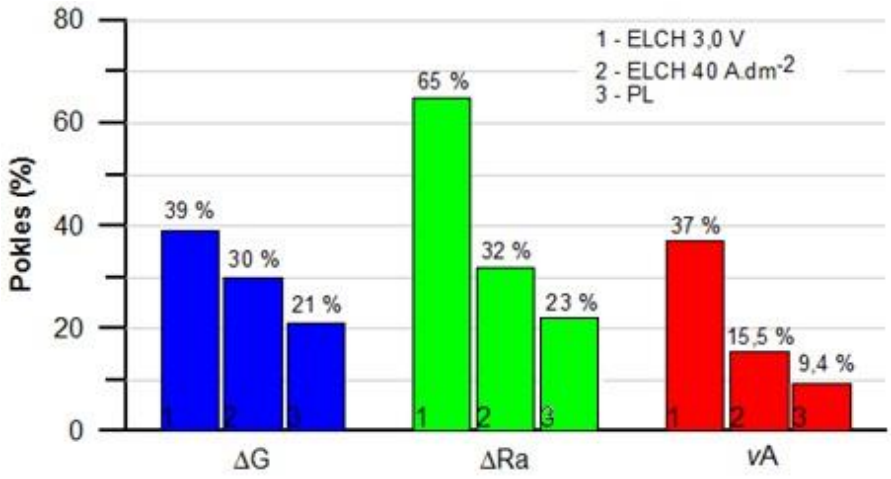
Obr. 6.10 *Nárast hodnoty úberu na okrajoch vzorky vzhľadom na jej stred pri požadovanom náraste lesku po leštení o 150 GU*

Zo zobrazených priebehov vyplýva, že proces plazmového leštenia v elektrolyte poskytuje nielen podstatne nižšiu hodnotu úberu, než je to v prípade elektrochemického leštenia, ale hodnota úberu je rovnomerná a prakticky nezávisí od polohy, vzdialenosti, veľkosti a rozmiestnení katód. Pri elektrochemickom leštení je vplyv týchto faktorov výrazný, zvyšujúcou sa prúdovou hustotou rastie aj nerovnomernosť úberu, pri nízkych napätiach je tento vplyv menej výrazný. Je to dané zrejme tým, že vzhľadom na väčšiu hrúbku pasivačného filmu vzniká na ňom vyšší potenciálový spád, ktorý nerovnomernosť rozloženia elektrického poľa medzi elektródami zmierňuje.

Posledným hodnoteným faktorom ovplyvňujúcim technologické vlastnosti oboch procesov je ich citlivosť na stav vyčerpanosti elektrolytu. Postupným leštením sa menia vlastnosti a chemické zloženie elektrolytu, pribúda množstvo kovu chemicky viazaného so zložkami elektrolytu. Za účelom vzájomného porovnávania procesu elektrochemického leštenia s procesom plazmového leštenia bolo potrebné najskôr zadefinovať mieru vyčerpanosti elektrolytu. Jednou z možností by bolo stanoviť množstvo odlešteného kovu v tom-ktorom elektrolyte. Ale vzhľadom na úplne odlišné vlastnosti elektrolytu aj samotného procesu pri plazmovom a elektrochemickom leštení by to nemalo žiadnu prakticky využiteľnú výpovednú hodnotu. Za mieru vyčerpanosti elektrolytu sa preto zvolila veľkosť fiktívnej plochy, ktorá by bola leštená tak dlho, aby sa práve dosiahol nárast hodnoty jej lesku o 150 GU. Z rozdielu hmotností všetkých použitých vzoriek vrátane držiakov vzoriek pred ich prvým použitím a po poslednom leštení bolo stanovené množstvo kovu, ktoré bolo pri elektrochemickom leštení odobraté z lešteného povrchu. Z tejto hodnoty sa vypočítala veľkosť fiktívnej plochy, pri leštení ktorej by podľa špecifikovaných požiadaviek odobralo z lešteného povrchu toľko kovu, aká je odvážená hodnota. Ak sa mal dosiahnuť rovnaký stupeň vyčerpanosti elektrolytu pri plazmovom procese ako pri elektrochemickom leštení, bolo treba výpočtom určiť množstvo kovu, ktoré sa má plazmovým procesom odstrániť z lešteného povrchu. Pomocná elektróda z antikoróznej ocele bola potom leštená tak dlho, až kým jej hmotnosť neklesla o vypočítanú hodnotu.

Miera vplyvu vyčerpanosti elektrolytu na vlastnosti procesu bola skúmaná tak, že sa zhodne leštila dvojica vzoriek s tým rozdielom, že jedna vzorka bola leštená v čerstvo pripravenom elektrolyte, druhá v dlhodobo používanom. Medzi týmito dvoma vzorkami bol potom vyhodnotený percentuálny rozdiel v miere nárastu lesku, ďalej percentuálny rozdiel v miere poklesu povrchovej drsnosti a nakoniec percentuálny rozdiel v hodnote úberu. Tieto výsledky pre elektrochemické leštenie sú uvedené v závere kapitol 4.4.1 a 4.4.2, pre plazmové leštenie v závere kapitoly 5.4. Na obr. 6.11 je možné tieto výsledky pre jednotlivé spôsoby leštenia

porovnať. Stupeň vyčerpanosti oboch elektrolytov bol pre obe technológie približne rovnaký a mal hodnotu 15 $dm^2.l^{-1}$.



Obr. 6.11 *Porovnanie vplyvu vyčerpanosti elektrolytu na dosahované vlastnosti povrchu v závislosti od spôsobu leštenia*

ZÁVER

Predložená práca je venovaná experimentálnemu skúmaniu technologických možností a vybraných vlastností procesu plazmového leštenia antikoróznych ocelí v elektrolyte s cieľom ich porovnania s klasickou technológiou elektrochemického leštenia. Riešiteľské pracovisko ako jediné na Slovensku disponuje technologickým zariadením na plazmové leštenie kovových povrchov a má aj dlhoročné skúsenosti s touto technológiou, čo však neplatí pre technológiu elektrochemického leštenia. Nielenže chýbali praktické skúsenosti s touto technológiou, ale neboli k dispozícii ani potrebné technické zariadenia pre experimentálne práce. Preto bolo jedným z prvoradých cieľov navrhnúť a následne skonštruovať vhodné experimentálne zariadenie pre účely riešenia danej práce. Aj keď sa to možno nezdá, ale práve táto úloha bola pri riešení cieľov práce časovo najnáročnejšia. Na základe analýz informácií z dostupnej literatúry bolo zvolené chemické zloženie elektrolytu s ohľadom na vopred špecifikované kritériá. Ďalšou úlohou pre splnenie vytýčených cieľov bolo stanovenie vhodných parametrov pre elektrochemické leštenie, pri ktorom boli opäť využité poznatky z publikovaných prác domácich a zahraničných autorov. Voľba parametrov procesu, ale nebola jednoznačná, vzhľadom na informácie, ktoré si v mnohých prípadoch protirečili. Preto sa vlastnosti elektrochemického procesu skúmali pri štyroch rôznych kombináciách parametrov, aby sa na základe výsledkov experimentov určili najvhodnejšie parametre. Nakoniec sa nevybrala jedna, ale hneď dve kombinácie parametrov elektrochemického leštenia, pri ktorých boli následne porovnané technologické vlastnosti elektrochemického leštenia s technologickými vlastnosťami plazmového leštenia v elektrolyte.

Vzájomné porovnanie vybraných technologických vlastností oboch procesov, ktorého výsledky sú zhrnuté v kapitole č. 6, prinieslo poznatok, že proces plazmového leštenia dosahuje vo všetkých hodnotených aspektoch lepšie výsledky než proces elektrochemického leštenia. Proces plazmového leštenia v elektrolyte dosahuje rýchlejší nárast lesku, rýchlejšie znižovanie povrchovej drsnosti pri niekoľkonásobne nižšej hodnote úberu materiálu z lešteného povrchu. Proces plazmového leštenia v elektrolyte dosahuje lepšie výsledky aj z hľadiska maximálnej dosiahnuteľnej hodnoty lesku, minimálnej dosiahnuteľnej hodnoty drsnosti lešteného povrchu a rovnomernosti úberu materiálu. Nahradenie elektrochemického spôsobu leštenia technológiou plazmového leštenia vo výrobnom procese prináša so sebou okrem zlepšenia ekologických a technologických aspektov aj zvýšenie produktivity na dvojnásobok. Tieto poznatky sú prínosom hlavne pre oblasť priemyselnej výroby, poskytujú podklady potrebné pri rozhodovaní o možnej modernizácii výrobného procesu. Riešenie úloh v rámci práce prinieslo

aj nové poznatky ohľadom vlastností procesu a prispelo tak aj k rozšíreniu a rozvoju samotnej teórie procesu. Jednotlivé úlohy pri riešení zadanej práce boli splnené a je teda možné skonštatovať, že boli splnené aj vytýčené ciele predkladanej práce.

Súhrn technologických výhod a predností procesu plazmového leštenia v porovnaní s elektrochemickým:

- vyššia rýchlosť nárastu úrovne lesku,
- vyššia rýchlosť poklesu povrchovej drsnosti,
- vyššia produktivita,
- niekoľkonásobne nižšia hodnota úberu materiálu z lešteného povrchu,
- rovnomerný úber materiálu z lešteného povrchu,
- vyššia hodnota maximálneho lesku, ktorá sa dá leštením dosiahnuť,
- nižšia hodnota minimálnej drsnosti povrchu, ktorá sa dá leštením dosiahnuť,
- zanedbateľný vplyv veľkosti a geometrického rozloženia katód vzhľadom na leštenú plochu na účinok procesu,
- menej výrazný vplyv stupňa vyčerpanosti elektrolytu na technologické vlastnosti procesu,
- vyššia životnosť elektrolytu,
- vo výrobnom procese nie sú potrebné prísne hygienické a bezpečnostné opatrenia pre prácu s vysoko žieravými, toxickými a výbušnými látkami.

Súhrn technologických výhod a predností procesu elektrochemického leštenia vzhľadom na proces plazmový:

- nižšia hodnota potrebného inštalovaného príkonu na jednotku leštenej plochy,
- možnosť zníženia prúdovej hustoty za súčasného predĺženia času leštenia bez pozmenenia kvality vyleštenej plochy – umožňuje to leštiť rozmerné predmety, ktoré by ináč nebolo možné leštiť pre nedostatočný výkon zdroja jednosmerného prúdu.

ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV

1. TÓTH, R., SOLÁR, J. *Vplyv elektrolyticko-plazmového procesu na vlastnosti povrchu.* [cit. 2013-0505]. Dostupné na internete: www.mtf.stuba.sk/docs//internetovy_casopis/2003/3/toth.pdf
2. E. S. LEE. 2000. Machining Characteristics of the Electropolishing of Stainless Steel (STS316L). *The international journal of advanced manufacturing technology* 16:591–599.
3. CHI-CHENG LIN, CHI-CHANG HU. 2008. Electropolishing of 304 stainless steel: Surface roughness control using experimental design strategies and a summarized electropolishing model. *Electrochimica Acta*, 53, 3356–3363.
4. ČÍHAL, V. 1999. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. Praha: ACADEMIA.
5. PRIBIL, E. a kol. 1989. *Korozivzdorné a žáruvzdorné oceli poldi a jejich použití*. 1. díl. Kladno: Poldi – SNOP.
6. TAKÁČ, K., KRÁTKY, I. 1983. *Strojárske materiály a povrchové úpravy*. Bratislava: Alfa.
7. PLUHAŘ, J. 1989. *Nauka o materiálech*. Praha: SNTL.
8. MORAVČÍK, R., GRGAČ, P., 2000. *Technológia tepelného spracovania a povrchových úprav*. Trnava: MTF STU.
8. PULC, V. 2004. *Náuka o materiáli*. Bratislava: STU.
9. GAŠPÁREK, J. 1979. *Dokončovacie spôsoby obrábania*. Bratislava: Alfa.
10. PODHORSKÝ, Š., GÖRÖG, A. 1998. Technologické zariadenie pre elektrolyticko-plazmovú úpravu kovových povrchov. In: *Vedecké práce Materiálovotechnologickej fakulty Slovenskej technicke univerzity v Bratislave so sídlom v Trnave. Zväzok 6.* Bratislava: Vydavateľstvo STU, s. 131-135. ISBN 80-227-1142-X
11. BAGIN, K. 1987. *Technológia povrchových úprav*. Bratislava: Alfa.
12. COMPAREX 2008. *Tryskacie materály.* [cit. 2012-10-03]. Dostupné na internete: http://www.comprex.sk/tryskacie-materialy/.html
13. Plasmacraft Electrolyte-plasma polishing, [cit. 2012-11-08]. dostupné na internete: www.plasmacraft.ru
14. GALVANO KOV 2012. *Povrchové úpravy: morenie a pasivácia antikor.ocele*. [cit.2012-01-18]. Dostupné na internete: http://www.galvanokov.sk/-strana=povrchoveupravy&id=morenieapasivacianereze
15. *Elektrolytické leštení korozi vzdorných ocelí*. Euro Inox. [cit. 2011-10-03]. Dostupné na internete: http://www.euro-inox.org/htm/p_177_cz.html
16. KOSMAČ, A. 2010. *Electropolishing Stainless Steel*. Brussels: Euro Inox.
17. PODHORSKÝ, Š. 2008. Úprava povrchu antikoróznych ocelí plazmovým výbojom v elektrolyte. Habilitačná práca. Trnava: MTF STU. 138 s.
18. HULNBEECK, J. V. 2002. *Electrochemical polishing of 316 L stainless steel slotted tube coronary stent*. Belgium.
19. ABBOTT, A., CAPPER, G., MCKENZIE, K.J., GLIDLE, A., RYDER, K, S. 2006. Electropolishing of stainless steels in a choline chloride based ionic liquid: an electrochemical study with surface characterisation using SEM and atomic force microscopy. *Phys Chem Chem Phys* 8:4214–4221.

20. GUPTA, P., TENHUNDFELD, G., DAIGLE, E. O., RYABKOV, D. 2007. Electrolytic plasma technology: Science and engineering - An overview, Surface and coatings technology, 8746–8760.
21. SHUO-JEN, LEE, YU-MING, LEE, MING-FENG, DU. 2003. The polishing mechanism of electrochemical mechanical polishing technology. *Journal of Materials Processing Technology*, 140, 280-289.
22. MAŇKOVÁ, I. 2000. *Progresívne technológie*. Košice: VENALA.
23. FEROZE NAZNEEN a kol. 2011. *Electropolishing of medical-grade stainless steel in preparation for surface nano-texturing*. Springer-Verlag.
24. BHATTACHARYYA, B., MALAPATI, M., MUNDA, J. 2005. Experimental study on electrochemical micromachining. *Journal of Materials Processing Technology*, 485–492.
25. MURGAŠ, M. a kol. 2002. *Technológia zlievarenstva*. Bratislava: Vydavateľstvo STU.
26. YEOKHIN, A.L. a kol. 1999. Plasma eletrolysis for surface engineering. *Surface and Coatings Technology*, 122, s. 73-93.
27. PODHORSKÝ, Š. 2006. Leštenie odliatkov elektrolyticko-plazmovým procesom – vplyv základných parametrov procesu na úroveň dosahovaného lesku. *Archiwum odlewnictva. Archives of Foundry*, 6, Nr 18 (1/2), s. 511-516. ISSN 1642-5303. ISBN 803-922029-8-8
28. PODHORSKÝ, Š. 2005. Drsnosť povrchu lešteného plazmovým výbojom v elektrolyte. *Acta Metallurgica Slovaca*. 11, mimoriadne č. 3. ISSN 1335-1532 / nadát. Medzinárodná vedecká konferencia. I. QUO VADIS ZLIEVARENSTVO? Herľany, 4. – 5.10.2005. Košice: Technická univerzita v Košiciach, 20058, s. 45-48.
29. Plasmatec – Precision Polishing & Deburring. [cit. 2013-04-03]. Dostupné na internete: www.plasmapolishing.com
30. Beckmann institut für Technologieenwicklung e. V. [cit. 2012-03-01]. Dostupné na internete: www.plasotec.de
31. YEROKHIN, A.L a kol. 1999. Plasma electrolysis for surface engineering. *Surface and Coatings Technology*, 122, 73–93.
32. ČIČMANEC, P. 1980. *Elektrina a magnetizmus. Všeobecná fyzika 2*. Bratislava: ALFA.
33. FUKA, J., HAVELKA, B. 1979. *Elektřina a magnetismus*. Praha: SPN.
34. HALLIDAY, D. a kol. 2000. *Fyzika část 3. Elektřina a magnetismus.* Brno: VUTIUM.
35. KREMPASKÝ, J. 1988. *Fyzika*. Bratislava: Alfa.
36. VAŇA, D., Podhorský, Š. 2011. Electrolytic-plasma polishing of stainless steel in electrolyte. Trnava: TEAM.
37. PODHORSKÝ, Š., PÚČIK, V. 1996. Nová technológia povrchových úprav. In: *39. medzinárodná galvanická konferencia. 39th International Conference on Electrodeposited coatings*: Spoločný program s výstavou povrchových úprav. Bratislava, s. 124-120.
38. Dostupné na internete: <:http://www.delstar.com/electropolishing/electropolishing- users-guide.html>[online].[cit. 2011-10-10].
39. Dostupné na internete: <: http://www.lautech.de/pdf/Fachvortrag_PP_01.pdf > [online]. [cit. 2011-12-10].
40. BARON, A. 2008. *Electropolishing and chemical passivation of austenic steel*. JAMME.

41. SHUO-JEN LEE a kol. 2012. The Investigation of Surface Morphology Forming Mechanisms in Electropolishing Process. *International Journal of ELECTROCHEMICAL SCIENCE*, 7, 12495 – 12506.
42. Dostupné na internete: http.www.alleghenysurface.com/electropolishing. [cit. 2011-12-11].
43. LEE, SH., LAI, J. 2003. The effect of electropolishing (EP) process parameters on corrosion resistance of 316L stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 140, s. 206-210.
44. RAMASAWMY, H. 2007. Investigation of the effect of electrochemical polishing on EDM surface. Manuf techno.
45. ČAPLOVIČ, Ľ. HAZLINGER, M., MORAVČÍK, R. 2010. *Degradačné procesy a predikcia životnosti*. Bratislava: Vydavateľstvo STU, 223 s. 978-80-227-3334-2
46. LIEVESTRO, T.L. 1997. Electrochemical Machining, ASM - Metals Handbook - Machining, Vol. 6, ASM International, March, pp 533-541 9.cd,.
47. VIGNER, Z., PRIKRYL, Z. 1987. *Obrábění - technický prúvodce*. Praha: SNTL.
48. HRYNIEWICZ, T., ROKOSZ, K., ROKICKI, R. 2008. Electrochemical and XPS studies of AISI 316L stainless steel after electropolishing in a magnetic field. *Corrosion Science*, 50, 2676–2681.
49. CHEN, YUAN-LONG; ZHU, SHU-MIN; LEE, SHUO-JEN; WANG, JONG C. 2003. The technology combined electrochemical mechanical polishing. *Journal of Materials Processing Technology*, 140, 203–205.
50. BUHLERT, M. Photoelectropolishing of stainless steel; [cit. 2012-12-09]. Dostupné na internete: http://www.htp.ch/lib/pdf/Photoelectropolishing of stainless steel.pdf.
51. BUHLERT, M. 2000. Elektropolieren und Elektrostrukturierenvon Edelstahl, Messing und Aluminium. Untersuchung des transpassiven Abtragprozesses einschließlich unerwünschter Nebeneffekte. *Fortschritt-Berichte VDI*. Reihe 2, No. 553. Düsseldorf: VDI-Verlag.
52. VISSER, A., BUHLERT, M., RETTINGHAUS, A. 1998. Elektropolieren mit oszillierendem Gleichstrom. *Galvanotechnik*, Vol. 89, No. 3, p. 739-747.
53. DOMÁNKOVÁ, M. a kol. 2007. *Experimentálne metódy štúdia materiálov I*. Bratislava: Vydavateľstvo STU.
54. SCHEERDER, A. a kol. 2001. Biocompatibility of coronary stent materials: efect of electrochemical polishing. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Volume 32, Issue 2, p.142-148.
55. NIKOLAEVIČ, V. N., PARSADANJAN, A. S. 1988. Nagrev metallov v elektrolytnoj plazme. Kišinev, Štinica.
56. JASNOGORODSKIJ, I. Z. 1947. *Avtomatičeskij nagrev v elektrolite*. Oborongiz, s. 47.
57. KELLOG, H. H. 1950. Anode effect in ageous electrolysis. *Journal of the Electrochemical society*, Vol. 97, No. 4, p. 133 -142.
58. The department of electrolytic plasma treatment, Innovative republic unitary enterprise "Scientific and technological park of the BNTU "Polytechnic". Dostupné na internete: www.epo.metolit.by.
59. Technologie und Gründerzetnrum Plasotec GmBH. [cit. 2013-09-04]. Dostupné na internete: www.plasotec.de

60. PODHORSKÝ, Š. 2007. Plazmové leštenie tvarovo zložitých kovových predmetov. In: *METAL 2007*. 22.-24.5, Hradec nad Moravicí.
61. KABÁT, E. 1979. *Termomechanika*. Bratislava: ES SVŠT.
62. PODHORSKÝ, Š., TÓTH, R. 2002. *Technológia zlievarenstva – Návody na cvičenia*. Bratislava: Vydavateľstvo STU.
63. ELIAZ, N., NISSAN, O. 2007. Innovative processes for electropolishing of medical devices made of stainless steels, Wiley InterScience, DOI: 10.1002/jbm.a.31429, 2007
64. PODHORSKÝ, Š., PÚČIK, V. 1996. The cause of the smoothing and polishing effect of the plasma – electrolytic process. In: *Junior Euromat 96: European Conference.* Lausanne.
65. PODHORSKÝ, Š. 2002. Aplikácia plazmového výboja v elektrolyte v oblasti povrchových úprav. In: *Progresivní a netradiční technologie povrchových úprav*: Sborník přednášek a prezentací. Jihlava: Česká společnost pre povrchové úpravy, s. 65-68.
66. BHUYAN, A. a kol. 2005. Pulse and DC electropolishing of stainless steel for stents and other devices. *IEEE*.
67. StecloVac 2000 – Electrolyte Plasma Polishing, [cit. 2013-02-05] Dostupné na internete: www.finishing.narod.ru
68. Femax ocel, [cit. 2012-09-11]. Dostupné na internete: www.femax.cz/pdf/katalog%20femax.pdf
69. Dostupné na internete: http://www.gloss.meters.com/NovoCurve.html
70. LONGAUER, J. 2012. Experimentálne skúmanie vplyvu hodnoty napätia na elektródach pri elektrochemickom leštení odliatkov na technologické vlastnosti procesu. Diplomová práca. Bratislava: STU, MtF, 5294-51573.
71. http://proinex.cz/sk/digitalny.drsnomer-tr-200.html
72. KRSEK, A. a kol. 1998. *Strojárska metrológia a riadenie kvality*. Bratislava, STU.
73. http://rhopoininstruments.com/Glossmeters-for-curved-surfaces/Novo-Curve/flaypage.tpl.html
74. RUML, V. 1959. *Moderní úpravy kovového povrchu.* Praha: Práce.
75. Dostupné na internete: http://www.hennlich.sk [cit. 2012-12-02]
76. CHEN, S.C. 2003. The electrochemical polishing behavior of porous austenic stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 140, 203–205.
77. ZHAO, H., VAN HUMBEECK, J., SOHIER, J., DE SCHEERDER, I. 2002. Electrochemical polishing of 316 L stainless steel slotted tube coronary stents. *J Mater Sci Mater Med*, 13, 911–916.
79. United States Patent, Electro-polishing fixture and electrolyte solution for polishing stents and method, US 6,375,826 B1, Apr. 3, 2002.
80. United States Patent, Electropolishing of stainless steel, US 4,148,699 , Apr. 10, 1979.
81. ANDREW, P., ABBOTT, CAPPER, G., MCKENZIE, K. J., RYDER, K. S. 2006. Voltammetric and impedance studies of the electropolishing of type 316 stainless steel in a choline chloride based ionic liquid. *Electrochimica Acta*, 51, 4420–4425, Science direct.

Obsah

ÚVOD **8**

1 Finálne úpravy kovových povrchov **10**

Elektrochemické metódy *10*

Elektrolyticko-plazmové technológie *10*

1.1 Elektrochemické leštenie *11*

1.1.1 História elektrochemického leštenia 11

1.1.2 Charakteristika elektrochemického leštenia a mechanizmus vyhladenia povrchu 12

1.1.3 Typická voltampérová charakteristika elektrochemického leštenia 13

1.1.4 Zmeny vlastností povrchu pri elektrochemickom leštení 14

1.1.5 Vplyv zloženia lešteného materiálu na vlastnosti povrchu 16

1.1.6 Špeciálne spôsoby elektrochemického leštenia 17

1.2 Plazmové leštenie v elektrolyte *17*

1.2.1 Charakteristika procesu a vznik paroplazmovej obálky 17

1.2.2 Mechanizmus vyhladenia povrchu 20

1.2.3 Typická voltampérová charakteristika procesu 21

1.2.4 Technologické zariadenia pre plazmové leštenie v elektrolyte 22

1.2.5 Vplyv parametrov procesu na priebeh a výsledok leštenia 23

1.2.6 Výhody, nevýhody a použitie plazmového leštenia v elektrolyte 25

2 Ciele práce **26**

3 Metodika experimentálnych prác **28**

3.1 Experimentálne vzorky *28*

3.2 Meranie a hodnotenie povrchovej drsnosti *31*

3.3 Meranie a hodnotenie lesku povrchu *32*

3.4 Meranie a hodnotenie úberu materiálu z lešteného povrchu *33*

3.5 Hodnotenie vlastností procesu leštenia *35*

3.6 Použité meracie prístroje *37*

3.7 Leštenie povrchu vzoriek *38*

3.7.1 Postup 38

3.7.2 Parametre a podmienky pri leštení 40

4 Experimentálne skúmanie technologických vlastností procesu elektrochemického leštenia **43**

4.1 Voľba chemického zloženia elektrolytu *43*

4.2 Voltampérová charakteristika *46*

4.3 Teplotná závislosť voltampérovej charakteristiky *51*
4.4 Vlastnosti elektrochemického procesu leštenia *53*
4.4.1 Vlastnosti procesu pri nízkych napätiach 54
4.4.2 Vlastnosti procesu pri vysokých prúdových hustotách 60
4.4.3 Súhrn získaných výsledkov a ich interpretácia 65
5 Experimentálne skúmanie technologických vlastností procesu leštenia plazmovým výbojom v elektrolyte 74
5.1 Skúmanie zmien drsnosti a lesku povrchu *74*
5.2 Hodnotenie úberu materiálu z lešteného povrchu *76*
5.3 Súhrn vybraných vlastností procesu plazmového leštenia *77*
5.4 Hodnotenie stavu vyčerpanosti elektrolytu a jeho vplyvu na vlastnosti procesu *78*
6 Diskusia získaných výsledkov 81
ZÁVER 94

Autor: Ing. Dušan Vaňa, PhD.

Názov: POROVNANIE TECHNOLOGICKÝCH MOŽNOSTÍ PLAZMOVÉHO A ELEKTROCHEMICKÉHO LEŠTENIA ANTIKORÓZNYCH OCELÍ V ELEKTROLYTE

THE INVESTIGATION OF TECHNOLOGICAL PROPERTIES BETWEEN ELECTRO AND PLASMA POLISHING OF STAINLESS STEELS IN ELECTROLYTE

Miesto vydania: Trnava
Vydavateľ: Materiálovotechnologická fakulta STU, Vydavateľstvo AlumniPress
Rok vydania: 2014
Vydanie: prvé
Rozsah: 101 strán (61 obrázkov, 21 tabuliek, 7,92 AH)
Edícia: Odborné monografie
Edičné číslo: 2/AP-M/2014

Publikácie vydávané v tejto edícii prešli jazykovou korektúrou.

ISBN 978-80-8096-209-8
EAN 9788080962098

zverejnené na http://www.mtf.stuba.sk