

ŽILINSKÁ UNIVERZITA V ŽILINE
Strojnícka
fakulta

AUTOREFERÁT DIZERTAČNEJ PRÁCE



Ing. Zuzana Šurdová

AUTOREFERÁT DIZERTAČNEJ PRÁCE

**Study of the Effect of Increased Iron Content on the Corrosion and Fatigue Resistance
of Secondary Aluminium Alloys**

**Štúdium vplyvu zvýšeného obsahu železa na koróziu a únavovú odolnosť
sekundárnych hliníkových zliatin**

Na získanie akademického titulu **doktor**
(„**philosophiae doctor**“, v skratke „**PhD.**“)
v študijnom odbore Strojárstvo
v študijnom programe Technické materiály

Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej forme doktorandského štúdia na Žilinskej univerzite v Žiline, Strojníckej fakulte, Katedre materiálového inžinierstva.

Predkladateľ: Ing. Zuzana Šurdová
Žilinská univerzita v Žiline
Strojnícka fakulta
Katedra materiálového inžinierstva

Školiteľ: doc. Ing. Lenka Kuchariková, PhD.
Žilinská univerzita v Žiline
Strojnícka fakulta
Katedra materiálového inžinierstva

Oponenti:

1. **prof. Ing. Otakar Bokůvka, PhD.**
Katedra materiálového inžinierstva
Strojnícka fakulta
Žilinská univerzita v Žiline
2. **doc. Dr. Ing. Peter Horňák**
Inštitút materiálov
Fakulta materiálov, metalurgie a recyklácie
Technická univerzita v Košiciach
Oddelenie kovových materiálov
3. **dr hab. inž. Mirek Bonek**
Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
Wydział Mechaniczny Technologiczny
Politechnika Śląska

Autoreferát bol rozoslaný dňa:

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa **26.08.2025 o 9:00 hod.** v zasadacej miestnosti dekana SjF, **BA 205**, SjF, Univerzitná 8215/1, 010 26, Žilina, pred komisiou pre obhajobu dizertačnej práce schválenou odborovou komisiou v študijnom odbore Strojárstvo, v študijnom programe **Technické materiály**, vymenovanou dekanom Strojníckej fakulty, Žilinskej univerzity v Žiline.

S dizertačnou prácou je možné sa oboznámiť na referáte pre vedu a výskum dekanátu SjF, UNIZA, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

prof. Ing. Peter Palček, PhD. v. r.
predseda komisie pre obhajobu dizertačnej práce

1	Úvod.....	5
2	Stručný prehľad problematiky	6
3	Tézy dizertačnej práce	7
4	Zvolené metódy spracovania	8
5	Dosiahnuté výsledky.....	10
6	Prínos pre ďalší rozvoj vedy a pre prax	27
7	Záver	28
8	Resumé.....	30
9	Zoznam použitej literatúry.....	31
10	Zoznam publikovaných prác	32

1 Úvod

V posledných rokoch narastá potreba efektívneho nakladania s odpadom a zmiernenia environmentálnych dôsledkov vyplývajúcich z priemyselnej činnosti. Keďže hliník disponuje žiadanými vlastnosťami, ako sú nízka hmotnosť, obrábateľnosť a zlievateľnosť, a zároveň je možné ho opakovane recyklovať bez zhoršenia jeho vlastností, predstavuje vynikajúci príklad materiálu, ktorý spĺňa tieto požiadavky [1-3].

Význam sekundárnych hliníkových zliatin v priemyselnom prostredí presahuje ich environmentálne priaznivé vlastnosti. V snahe o udržateľnosť poskytuje recyklácia hliníkového odpadu priemyslu nákladovo efektívny a energeticky úsporný spôsob, ako pokryť rastúci dopyt po hliníku. Zároveň recyklačný proces znižuje uhlíkovú stopu, ktorá je spojená s výrobou primárneho hliníka, a tým prispieva k celosvetovému úsiliu o zmiernenie klimatických zmien. Tieto skutočnosti zdôrazňujú kľúčovú úlohu sekundárnych hliníkových zliatin pri podpore prechodu k ekologicky uvedomejšiemu a zodpovednejšiemu priemyselnému modelu [4].

Dizertačná práca bola riešená v rámci Grantového systému UNIZA - podpora doktorandského štúdia (ID projektu 18781: Štúdium vplyvu liacich defektov a intermetalických fáz na koróznú odolnosť sekundárnej zliatiny AlSi7Mg0,3 s vyšším obsahom Fe), projektu VEGA č. 1/0461/24 s názvom „Štúdium novej generácie sekundárnych (recyklovaných) hliníkových zliatin“ a projektu KEGA 004ŽU-4/2023. Experimentálny program bol realizovaný počas výskumného pobytu v rámci Národného štipendijného programu SR na Dipartimento di Meccanica, Politecnico di Milano, Taliansko, a v rámci výskumného pobytu ERASMUS+ na Katedre Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Politechnika Śląska, Poľsko.

2 Stručný prehľad problematiky

Recykláciou hliníka sa ušetrí až 95 % energie potrebnej na primárnu výrobu. Recykláciou vzniká sekundárny hliník, avšak počas procesu recyklácie dochádza k uvoľňovaniu nečistôt do taveniny [1].

Hliník vykazuje pri tavení vysokú reaktivitu. V tomto stave môže ľahko reagovať s rôznymi prvkami, ako sú vzduch, vlhkosť alebo iné kovy (Fe, Cu alebo Zn) v dôsledku interakcie s výmurovkou pecí, tavivami, zlievarenským zariadením a nástrojmi, ktoré nepriaznivo ovplyvňujú mechanické vlastnosti, najmä ťažnosť, zlievateľnosť a únavovú a koróziu odolnosť. Straty kovu počas tavenia sú primárne spôsobené práve vysokou reaktivitou. Nedokonalosti vzniknuté v dôsledku týchto javov, ako sú bifilmy, pórovitosť a iné mikroštruktúrne útvary, ako napríklad intermetalické fázy (najmä na báze Fe), vzdialenosť sekundárnych osí dendritov (SDAS) či veľkosť a tvar eutektického kremíka, môžu významne ovplyvniť vlastnosti zliatin [1,5,6].

Pórovitosť je najčastejšou liacim defektom v zliatinách hliníka. Jej výskyt je do určitej miery prakticky nevyhnutný pri každej zliatine a môže mať negatívny vplyv na povrchovú kvalitu a mechanické vlastnosti odliatku. Vznik pórovitosti súvisí s kombináciou dvoch kľúčových faktorov: zmraštením kovu počas tuhnutia a rozpustnosťou vodíka v tavenine (vodík je jediný plyn, ktorý je rozpustný v hliníku). Okrem toho procesy úpravy taveniny, ako sú modifikácia a očkovanie, taktiež ovplyvňujú tvorbu pórovitosti [7,8].

Korózna odolnosť je kľúčovou vlastnosťou týchto zliatin, keďže sa využívajú najmä v automobilovom a leteckom priemysle. Na zmiernenie negatívneho vplyvu týchto prvkov sa do sekundárnych hliníkových zliatin pridávajú legujúce prvky, ako sú Mn, Mg a Li [1,5,6].

Štúdie zamerané na mechanizmy únavového porušenia ukázali, že v materiáloch obsahujúcich liace defekty menšie ako kritická veľkosť dochádza k iniciácii únavových trhlín prednostne na veľkých a tenkých doskovitých Fe-intermetalických fázach ako sú β -fázy – Al_5FeSi .

Zliatina AlSi7Mg0,3 je najčastejšie používanou sekundárnou hliníkovou zlievarenskou zliatinou. Uplatňuje sa najmä v automobilovom priemysle, pričom jej význam rastie aj v sektore elektromobility, a to vďaka jej vhodným mechanickým vlastnostiam, recyklovateľnosti a priaznivému pomeru pevnosti k hmotnosti. Motiváciou tejto dizertačnej práce je preskúmať a analyzovať možnosti využitia sekundárnej zliatiny AlSi7Mg0,3 s vyšším obsahom železa, ktorý je v recyklovaných zliatinách nevyhnutný a ťažko eliminovateľný.

3 Tézy dizertačnej práce

Hlavným cieľom dizertačnej práce bolo rozšíriť vedecké poznatky o úžitkových vlastnostiach novej generácie sekundárnych (recyklovaných) hliníkových zliatin pre automobilový priemysel, a to konkrétne sekundárnych hliníkových zliatin s vyšším obsahom železa (0,450 – 1,300 % Fe). Práca je zameraná na štúdium mikroštruktúry, únavovej a koróznej odolnosti zliatiny AlSi7Mg0,3 ako aj na analýzu vplyvu prídavku mangánu na tieto zliatiny pri vyššom obsahu železa.

Nasledujúce body predstavujú rámec experimentálnej časti, ktorý bol nevyhnutný na splnenie hlavných cieľov tejto práce:

- Príprava metalografických vzoriek na metalografickú analýzu.
- Príprava vzoriek na mechanické, únavové a korózne skúšky.
- Aplikácia klasických a v súčasnosti bežne používaných metód kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy štruktúry, t. j. hodnotenie pomocou optického mikroskopu, kvantitatívna analýza (analýza štruktúrnych parametrov pomocou softwaru NIS Elements 6.2).
- Hodnotenie pomocou REM (vrátane hlbokého leptania na detailné štúdium morfológie jednotlivých mikroštruktúrnych zložiek, EDX analýzy a mikrofraktografickej analýzy lomových plôch).
- Analýza liacich defektov vo vzorkách určených na únavu pomocou počítačovej tomografie.
- Realizácia vybraných mechanických skúšok (tvrdosť podľa Brinella a mikrotvrdosť podľa Vickersa) a únavových skúšok.
- Realizácia koróznych skúšok – ponorové a potenciodynamické skúšky.
- Vyhodnotenie a diskusia získaných výsledkov.

4 Zvolené metódy spracovania

Pre účely tejto štúdie bola použitá sekundárna hliníková zliatina AlSi7Mg0,3 na odliatky. Jednotlivé tavby sa od seba líšili obsahom železa a prídavkom mangánu. Chemické zloženie experimentálnych taviieb je uvedené v Tab. 1.

Tab. 1 Chemické zloženie experimentálnych taviieb [hm.%]

Tavba	Si	Fe	Mg	Mn	Cu	Ti	Zn	Cr	Al
A	5,782	0,080	0,200	0,005	0,014	0,145	0,049	0,001	zv.
B	6,032	0,382	0,312	0,007	0,025	0,136	0,047	0,001	zv.
B ^{Mn}	6,500	0,401	0,261	0,101	0,021	0,113	0,051	0,002	zv.
C	6,375	0,450	0,314	0,004	0,009	0,128	0,051	0,001	zv.
C ^{Mn}	6,205	0,530	0,336	0,298	0,010	0,127	0,056	0,001	zv.
D	6,343	1,221	0,313	0,007	0,011	0,127	0,060	0,001	zv.
D ^{Mn}	6,167	1,296	0,281	0,713	0,010	0,124	0,059	0,002	zv.

Zvyšok (zv.) predstavuje zvyšný obsah Al.

Pre splnenie vytýčených cieľov bolo potrebné využiť nasledujúce metódy:

Príprava metalografických vzoriek

Z dodaných tyčí boli odrezané vzorky s priemerom 20 mm a dĺžkou 15 mm, použitím automatickej pily ATM BRILLANT 240. Očistené a osušené vzorky boli zalisované do zmesi bakelitu a Dentakrylu, použitím automatického zariadenia pre zalisovanie vzoriek za tepla Struess – CitoPress-1. Po zalisovaní boli vzorky brúsené a leštené na automate na prípravu metalografických vzoriek Struess – TegraSystem. Pre pozorovanie mikroštruktúry na optickom a rastrovom mikroskope boli vzorky leptané 0,5 % HF. Pre potreby podrobnejšej analýzy intermetalických fáz (3D morfológia), s využitím metódy „hlboké leptanie“, boli vzorky leptané 36 % HCl. Vybrané štruktúrne parametre (železité intermetalické fázy, liace defekty) boli kvantitatívne hodnotené použitím optického mikroskopu NEOPHOT 32 s kamerou NIKON Coolpx 4500. Na kvantitatívnu analýzu a vyhotovenie fotodokumentácie bol použitý software NIS Elements 6.2.

Skúšky tvrdosti podľa Brinella boli vykonané podľa normy STN EN ISO 6506-1 použitím tvrdomera CV-3000LDB. Použitá bola guľička s priemerom 5 mm so zaťažením 250 kp a čas zaťaženia bol 10 s. Každá experimentálna zliatina bola testovaná na desiatich rôznych miestach s cieľom zabezpečiť štatistickú spoľahlivosť výsledkov.

Skúška mikrotvrdosti podľa Vickersa bola vykonaná pomocou Zwick/Roell automatického mikrotvrdomeru podľa normy STN EN ISO 6507-1. V každej experimentálnej zliatine boli jednotlivé štruktúrne zložky (fázy) merané na desiatich rôznych miestach. Použitý zaťaženie bolo 10 g a čas zaťaženia bola 10 s. Fázy v tvare čínskeho písma (resp. kostrovité útvary) boli testované v zliatinách s prídavkom mangánu (B^{Mn}, C^{Mn}, D^{Mn}).

Počítačová tomografia – CT skenovanie

Liace defekty ako napríklad pórovitosť, predstavujú významný faktor ovplyvňujúci únavové vlastnosti materiálu. Po kvantitatívnej analýze bola pórovitosť detailne skúmaná aj využitím počítačovej tomografie na zariadení Phoenix V|tome|x vo firme Brembo S.p.A., Bergamo, Taliansko, a Nikon XT H 225 St 2x na Politechnike Slaskej v Gliwiciach, Poľsko. 3D rekonštrukcia analyzovaných vzoriek bola realizovaná pomocou softwaru Nikon CT Pro 3D v kombinácii so softwarom VG Studio MAX 2023.2.

Výsledky z CT analýzy umožnili kvantifikovať objem, veľkosť, tvar aj distribúciu liacich defektov v jednotlivých experimentálnych zliatinách. Následne sa tieto výsledky porovnali s výsledkami únavových skúšok, čo umožnilo identifikovať priamu koreláciu medzi parametrami liacich defektov a životnosťou materiálu po cyklickom zaťažení. Tento prístup významne prispieva k hlbšiemu pochopeniu vplyvu vnútorných defektov na mechanické vlastnosti experimentálnych zliatin a predstavuje jeden z dôležitých nástrojov pre optimalizáciu odliatkov určených pre únavovo namáhané komponenty, a to predovšetkým v automobilovom priemysle.

Skúšky na únavu ohybom za rotácie

Únavové skúšky v stave po odliatí (as-cast) boli realizované na Dipartimento di Meccanica, Politecnico di Milano, Taliansko pomocou zariadenia MTS 810 určeného na skúšanie únavy ohybom za rotácie. Skúšky vzoriek po expozícii v koróznom prostredí (3,5 % NaCl, 21 dní) boli vykonané na zariadení ROTOFLEX na Katedre materiálového inžinierstva. Každá vzorka bola skúšaná v rozsahu amplitúd 68 MPa, 78 MPa a 88 MPa. Experimentálne zariadenie zaznamenávalo počet cyklov potrebných na porušenie vzorky. Počas rotácie sa napätie nepretržite menilo od maximálneho tlaku po minimálne ťahové napätie. Pomer napätia bol $R = -1$, testovanie prebiehalo pri laboratórnej teplote s frekvenciou 30 Hz. Po vykonaní únavových skúšok boli lomové plochy vzoriek podrobené mikrofraktografickej analýze pomocou rastrovacieho elektrónového mikroskopu TESCAN VEGA II LMU. Cieľom bolo určiť mechanizmus lomu a analyzovať charakter lomových plôch, ktoré vznikli v dôsledku cyklického zaťaženia.

Korózne skúšky

Korózna odolnosť experimentálnych zliatin bola stanovená pomocou korózných skúšok, ktoré čo najlepšie simulovali reálne podmienky prevádzky a umožnili tak relevantné hodnotenie odolnosti skúmaných sekundárnych zliatin AlSi7Mg0,3. Na hodnotenie koróznej odolnosti boli použité ponorové (AUDI test a ponorová skúška v roztoku 3,5 % NaCl) a potenciodynamické polarizačné skúšky. Pre všetky korózne skúšky boli použité vzorky s priemerom 180 mm a dĺžkou 10 mm. Aby bola zabezpečená štatistická spoľahlivosť výsledkov z každej experimentálnej zliatiny boli na každú skúšku použité 3 vzorky.

AUDI test je štandardizovaná ponorová skúška používaná v automobilovom priemysle (interný štandard PV 11 13). Roztok použitý pre AUDI test bol zložený z 1 dm³ H₂O + 20 g NaCl + 0.1 dm³ 20 % HCl. Vzorky boli v roztoku ponorené 2 hodiny a teplota v laboratóriu bola 20 ± 2 °C. Druhou metódou boli **ponorové skúšky v 3,5 % NaCl**. Vzorky boli v roztoku 3,5 % NaCl ponorené 21 dní.

Pred vykonaním oboch skúšok boli vzorky odmastené pomocou etanolu a následne usušené. Vzorky boli potom odvážené analytickými váhami s presnosťou na štyri desatinné miesta. Následne boli vzorky ponorené do príslušného roztoku, tak, aby sa nedotýkali navzájom a ani stien nádoby, čím sa zabránilo ovplyvneniu korózných procesov. Aby sa predišlo zmene koncentrácie roztokov, a aby sa udržiavala konštantná hladina elektrolytu počas skúšok boli nádoby prekryté potravinárskou fóliou a v prípade zmeny hladiny elektrolytu bola po stene nádoby doliatá destilovaná voda. V laboratóriu bola konštantne udržiavaná teplota 20 ± 2 °C. Po uplynutí času skúšky boli vzorky opláchnuté destilovanou vodou a etanolom a následne vysušené. Po ponorových skúškach bol rozsah korózneho napadnutia skúmaný makroskopicky (stereomikroskop Olympus SZX18) aj mikroskopicky. Kvantitatívne boli vzorky vyhodnotené gravimetrickou metódou, a to na základne rozdielu hmotnosti pred a po skúške, pričom

boli použité analytické váhy Mettler Toledo – XS205. Gravimetria je kvantitatívna metóda chemickej analýzy, ktorá sleduje úbytok hmotnosti materiálu ako dôsledok pôsobenia korózneho prostredia.

Potenciodynamické polarizačné skúšky prebiehali v uzavretej koróznej cele pripojenej k laboratórnemu potenciostatu a systém Biologic SAS predstavoval trojelektrodové zapojenie. Vzorky boli pred skúškou preleštené brúsnym papierom so zrnitosťou 1200 μm (SiC). Po preleštení boli vzorky opláchnuté etanolom a usušené. Do koróznej cely bol naliaty roztok 3,5 % NaCl a počas merania bola v laboratóriu udržiavaná teplota 20 ± 2 °C. Aplikovaný potenciál bol nastavený v rozsahu od –200 do +300 mV, oproti hodnote voľného potenciálu. Rýchlosť polarizácie bola nastavená na 1 mV/s. Namerané polarizačné krivky boli analyzované pomocou Tafelovej metódy. Na spracovanie údajov bol použitý softvér EC-Lab V11.17, pričom boli stanovené hodnoty korózneho potenciálu (E_{corr}) korózne prúdovej hustoty (i_{corr}) a korózne rýchlosti pre skúmaný materiál.

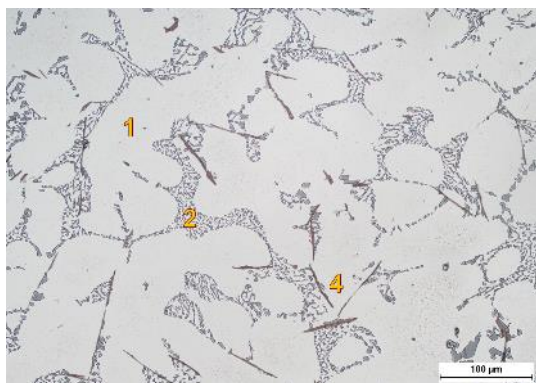
5 Dosiahnuté výsledky

5.1 Analýza mikroštruktúry

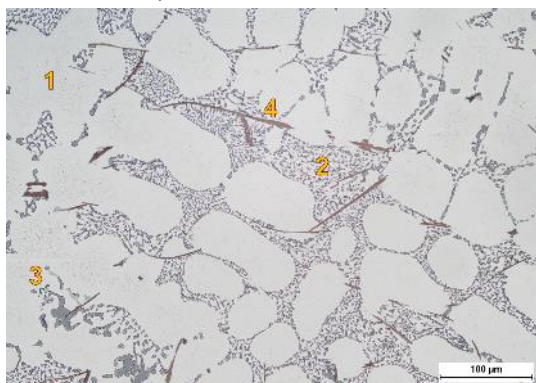
Pre každú experimentálnu zliatinu bol vypočítaný pomer Mn/Fe, ktorý poskytuje doplňujúci pohľad na vplyv chemického zloženia na mikroštruktúru a vlastnosti skúmaných zliatin, pretože predstavuje dôležitý faktor pri riadení morfológie železitých intermetalických fáz v zliatinách typu Al-Si. Vyšší pomer Mn/Fe podporuje tvorbu menej škodlivých fáz typu $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ namiesto krehkých doskovitých fáz $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, ktoré negatívne ovplyvňujú mechanické a únavové vlastnosti. Spektrometrická analýza ukázala, že v zliatinách bez prídavku mangánu (zliatiny A, B, C a D) bol pomer Mn/Fe nízky, čo sa pri týchto zliatinách očakávalo. V zliatinách s prídavkom mangánu bol tento pomer výrazne vyšší – konkrétne v zliatinách B^{Mn} , C^{Mn} a D^{Mn} dosiahol hodnoty 0,251; 0,523 a 0,550. V prípade zliatin C^{Mn} a D^{Mn} táto hodnota prekročila hranicu 0,5, ktorá je v odbornej literatúre často uvádzaná ako kritická pre zmenu morfológie intermetalických fáz.

Analýza mikroštruktúry potvrdila, že všetky experimentálne tavby A – D^{Mn} zodpovedajú podeutektickým zliatinám typu Al-Si-Mg. Mikroštruktúra experimentálnych vzoriek pozostáva, bez ohľadu na obsah Fe a prídavok Mn, z nasledujúcich zložiek: **matrica** – tvorená α -fázou (substitučný tuhý roztok kremíka v hliníku); **eutektikum** – zmes α -fázy a eutektického kremíka, **intermetalické fázy** – **Mg_2Si** – vo forme jemných zaoblených čiernych častíc, **$\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$** vo forme tenkých doštičiek (v 2D sa javia ako tenké ihlicovité útvary rôznej orientácie), **$\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$** vo forme čínskeho písma alebo kostrovitých útvarov, výlučne v zliatinách s prídavkom mangánu.

Mikroštruktúra všetkých experimentálnych taviel (Obr. 1) zodpovedala ich chemickému zloženiu určenému spektrometriou. Jednotlivé tavby sa líšili prídavkom mangánu a pomerom Mn/Fe. So zvyšujúcim sa obsahom železa sa zvyšovalo aj množstvo a veľkosť doskovitých Fe-intermetalických fáz Al_5FeSi . V zliatinách s prídavkom mangánu (B^{Mn} , C^{Mn} , D^{Mn}) boli Fe-intermetalické fázy ťažšie pozorovateľné v dôsledku výrazne menších rozmerov a zmenenej morfológie. Ich morfológia sa transformovala na menej škodlivú fázu $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$, ktorá bola pozorovaná vo forme Čínskeho písma alebo kostrovitých útvarov. Fázy Mg_2Si boli pozorované v blízkosti eutektického kremíka a fáz Al_5FeSi vo forme jemných, zaoblených čiernych častíc. Vyskytovali sa vo všetkých tavných, s mangánom aj bez neho. Nebola však pozorovaná žiadna súvislosť medzi zmenou ich morfológie a prídavkom mangánu.

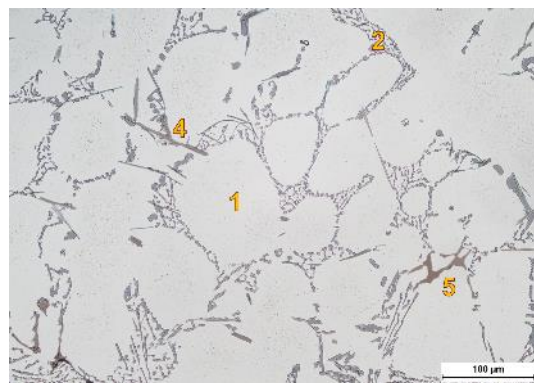


a) Tavba A – 0,080% Fe

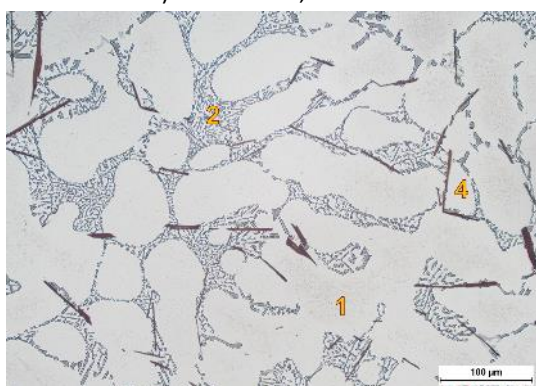


b) Tavba B – 0,382% Fe

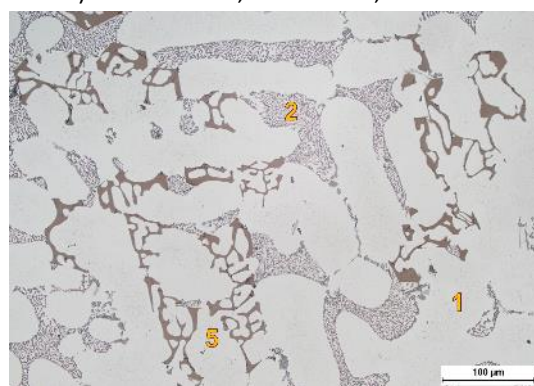
Obr. 1 Mikroštruktúra experimentálnych
taviieb: 1 – α -fáza, 2 – eutektikum,
3 – Mg_2Si fáza, 4 – Al_5FeSi fáza,
5 – $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$, lept. 0.5% HF



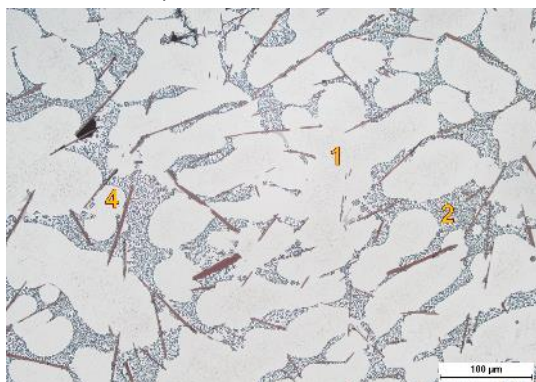
c) Tavba B^{Mn} – 0,401% Fe + 0,101% Mn



d) Tavba C – 0,450% Fe



e) Tavba C^{Mn} – 0,568% Fe + 0,298% Mn



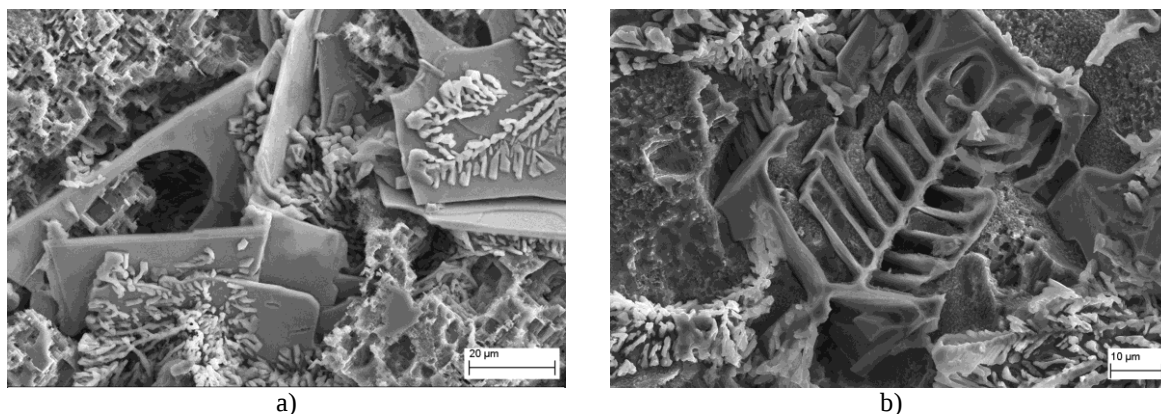
f) Tavba D – 1,221% Fe



g) Tavba D^{Mn} – 1,296% Fe + 0,713% Mn

Hlboké leptanie zlepšilo viditeľnosť Fe-intermetalických fáz, čo umožnilo detailnejšie štúdium ich morfológie a distribúcie. Tento spôsob leptania selektívne odstraňuje matricu, pričom zachováva intermetalické fázy, čo poskytuje lepšie pochopenie tvaru a rozloženia týchto fáz v mikroštruktúre. Na

Obr. 2a je zobrazená mikroštruktúra fázy Al_5FeSi pričom je zreteľne vidieť jej typickú doskovitú morfológiu. Obr. 2b dokumentuje fázu $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ s typickou kostrovitou morfológiou. Fe-intermetalické fázy so svojou typickou tenkou doskovitou morfológiou môžu pôsobiť aj ako nukleačné miesta pre eutektický kremík. Eutektický kremík bol pozorovaný vo forme jemných tyčínok, trsovite vyrastajúcich z jedného nukleačného miesta, čo je typické pre zliatiny AlSi7Mg0,3 v stave bez tepelného spracovania. Nukleoval v tesnej blízkosti alebo priamo na fázach Al_5FeSi . Fáza Mg_2Si nebola pomocou hlbokého leptania pozorovaná, pravdepodobne preto, že bola počas procesu leptania odleptaná.

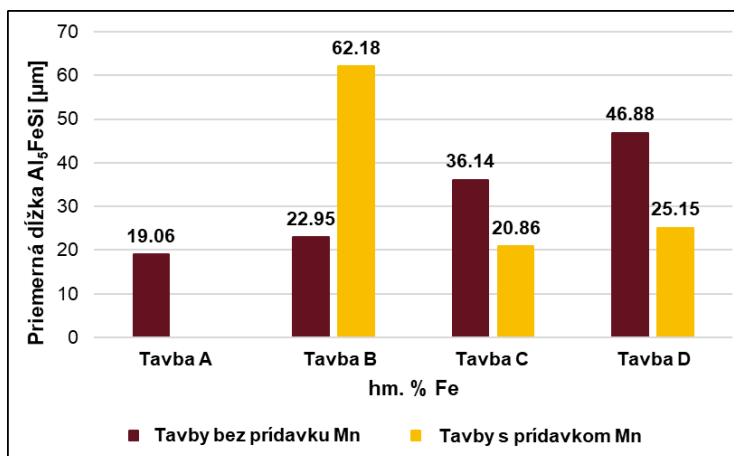


Obr. 2 Fázy Al_5FeSi a) a $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ b) hlboké leptanie, lept. HCl REM

5.2 Kvantitatívna analýza

Vplyv zvyšujúceho sa obsahu železa a prídavku mangánu na Fe-intermetalické fázy Al_5FeSi bol analyzovaný pomocou optického mikroskopu NEOPHOT 32. Kvantitatívna analýza bola vykonaná na minimálne 100 ihliciach na každej vzorke, pričom sa hodnotila priemerná dĺžka, hrúbka a plošný podiel týchto fáz. V prípade tavieb s prídavkom mangánu (žlté stĺpce) bolo cieľom zistiť, či prídavok Mn znižuje veľkosť železitých fáz a zmierňuje negatívne účinky vysokého obsahu Fe.

Ako sa očakávalo, priemerná dĺžka železitých fáz lineárne rástla s obsahom Fe, od 19,06 μm po 46,88 μm (Obr. 3), pričom Tavba D (1,221 hm. % Fe) vykazovala najvyššiu priemernú hodnotu. Zaujímavosťou je, že najdlhšia individuálna fáza (178,25 μm) bola zaznamenaná v tavbe B (0,382 hm. % Fe), čo môže súvisieť s odchýlkami v chemickom zložení alebo pomere Mn/Fe.



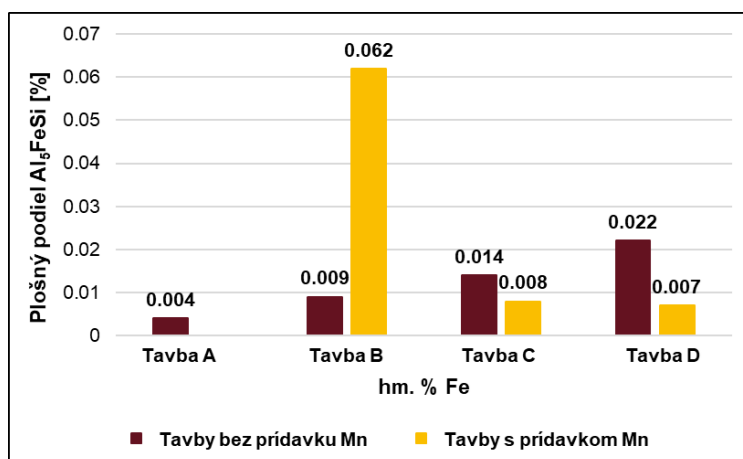
Obr. 3 Priemerná dĺžka intermetalických fáz Al_5FeSi

V tavných s prídavkom Mn sa priemerná dĺžka fáz znížila – napríklad v Tavnbe D došlo k zníženiu o 46,35 %. Tavnba B však prekvapivo vykázala nárast až o 170,94 %, čo môže byť dôsledkom rozdielov medzi skutočným a udávaným zložením, neoptimálneho pomeru Mn/Fe (< 0,5) alebo obmedzení dvojrozmernej analýzy. Hrúbka železitých fáz (Tab. 2) taktiež rástla s obsahom Fe a dosiahla maximum pri Tavnbe D (priemer 4,20 μm , maximum 36 μm).

Tab. 2 Priemerná hrúbka intermetalických fáz Al_5FeSi

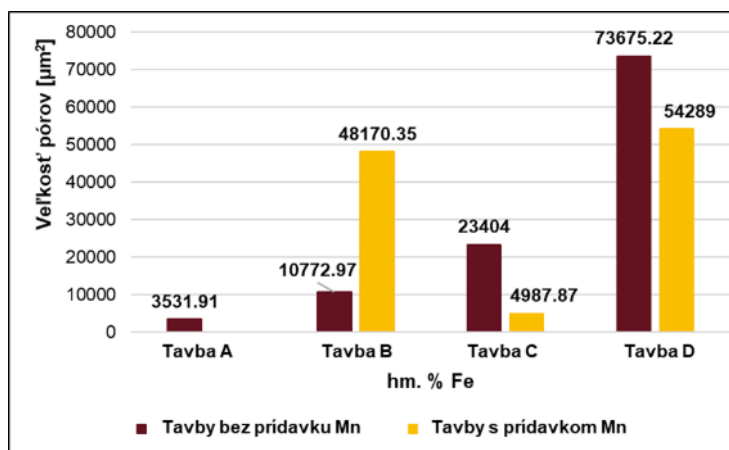
	Tavnba A	Tavnba B	Tavnba B ^{Mn}	Tavnba C	Tavnba C ^{Mn}	Tavnba D	Tavnba D ^{Mn}
Hodnota [μm]	3,21	3,51	3,98	3,84	3,64	4,20	4,01

Rovnako plošný podiel týchto fáz stúpal s obsahom Fe (Obr. 4) a dosiahol hodnotu 0,022 % v Tavnbe D. Prídavok Mn znížil plošný podiel železitých fáz v priemere o 64–72 %, s výnimkou tavnby B, kde došlo k nárastu o 588,89 %. Aj toto môže súvisieť s nepresnosťami v zložení alebo nedostatočným pomerom Mn/Fe.



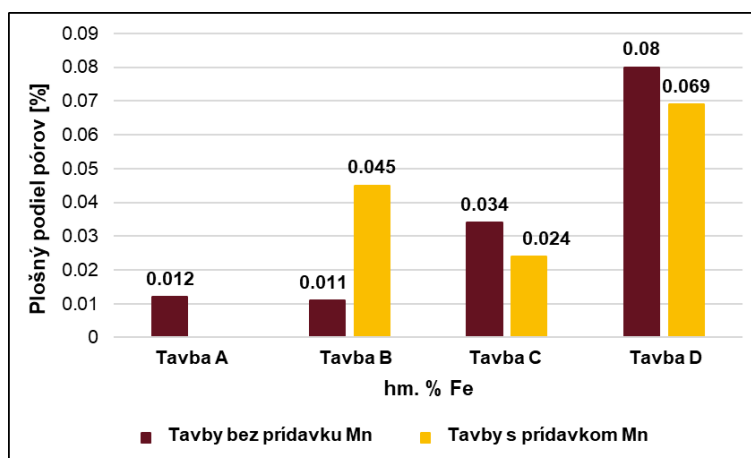
Obr. 4 Priemerný plošný podiel intermetalických fáz Al_5FeSi

Analýza liacich defektov v experimentálnych tavnách identifikovala dva typy pórovitosti: stiahnutiny a plynovú pórovitosť. Kvantitatívna analýza bola vykonaná s cieľom posúdiť veľkosť defektov a ich plošný podiel v závislosti od zvyšujúceho sa obsahu Fe. Stiahnutiny sa v experimentálnych tavnách vyskytovali najčastejšie, pričom ich priemerná veľkosť rástla s vyšším obsahom Fe, pravdepodobne v dôsledku zníženej schopnosti toku taveniny počas tuhnutia. V prípade tavní s prídavkom Mn (žlté stĺpce) bolo cieľom zistiť, či Mn ovplyvňuje veľkosť alebo rozloženie defektov (Obr. 5).



Obr. 5 Priemerná veľkosť pórov

Tavba D (1,221 hm. % Fe) vykazovala najväčšiu priemernú veľkosť defektov – 73 675,22 μm^2 . Po pridaní Mn došlo k zníženiu veľkosti defektov – o 26,31 % v Tavbe D a o 78,69 % v Tavbe C (0,450 hm. % Fe). Podobný trend sa prejavil aj v plošnom podiele defektov (obr. 52), ktorý klesol o 29,41 % a 13,75 % v Tavbách C a D.



Obr. 6 Plošný podiel pórov

Naopak, Tavba B s prídavkom Mn vykazovala nárast veľkosti defektov aj ich plošného podielu, čo zodpovedá výsledkom získaným pri analýze Fe-intermetalických fáz. To naznačuje, že v Tavbe B bol prídavok Mn neúčinný, pravdepodobne v dôsledku neoptimálneho pomeru Mn/Fe.

5.3 Skúšky tvrdosti

Hodnoty tvrdosti podľa Brinella pre experimentálne tavby (Tab. 3) sa líšili v závislosti od obsahu železa a mangánu. Tavba A, s najnižším obsahom Fe (0,080 hm. % Fe) a minimálnym obsahom Mn (0,005 hm. % Mn), vykazovala najnižšiu tvrdosť – 50,35 HBW. Ako sa očakávalo, so zvyšujúcim sa obsahom železa hodnoty tvrdosti rástli, pričom Tavba D (1,221 hm. % Fe, 0,007 hm. % Mn) dosiahla najvyššiu tvrdosť – 66,12 HBW. Prídavok mangánu mal na tvrdosť rôznorodý vplyv – v niektorých prípadoch došlo k miernemu zníženiu, zatiaľ čo pri iných tavbách bolo zaznamenané zvýšenie tvrdosti.

Tab. 3 Výsledky skúšky tvrdosti podľa Brinella HBW 5/250/10

	Tavba A	Tavba B	Tavba B ^{Mn}	Tavba C	Tavba C ^{Mn}	Tavba D	Tavba D ^{Mn}
HBW	50,35	57,81	55,81	63,46	65,4	66,12	66,45

Najvýraznejšia zmena bola pozorovaná v Tavbe C^{Mn} (zvýšenie obsahu Mn z 0,004 hm. % na 0,0298 hm. %), kde sa tvrdosť zvýšila približne o 3,06 %. Podobné výsledky boli zaznamenané aj v Tavbe D, ktorá po prídavku mangánu vykázala mierny nárast tvrdosti o 0,5 %. Toto zvýšenie tvrdosti možno pripísať modifikácii Fe-intermetalických fáz.

Prídavok mangánu však nezabezpečil univerzálne zvýšenie tvrdosti vo všetkých tavbách. V Tavbe B došlo k miernemu poklesu tvrdosti z 57,81 HBW na 55,81 HBW po prídavku mangánu (z 0,007 hm. % na 0,101 hm. % Mn). Možným vysvetlením je skutočnosť, že v dôsledku rozloženia a plošného zastúpenia Fe-intermetalických fáz, určeného kvantitatívnou analýzou, sa pri meraní tvrdosti skúšobné teleso pravdepodobne dotklo väčšieho množstva pôvodných (nemodifikovaných) fáz.

Skúška mikrotvrdości podľa Vickersa (HV 0,01) (Tab. 4) bola realizovaná s cieľom zistiť a vyhodnotiť tvrdosť jednotlivých mikroštruktúrnych zložiek. Matrica vykazovala priemernú tvrdosť 61 HV, čo zodpovedalo očakávaným hodnotám. Eutektikum vykazovalo vyššiu tvrdosť a to 77 HV, čo súvisí s jeho tvrdšou a krehkejšou povahou. Fáza Mg_2Si mala priemernú mikrotvrdość 94 HV.

Tab. 4 Výsledky skúšky mikrotvrdości jednotlivých fáz podľa Vickersa

	Matrica	Eutektikum	Mg_2Si	Al_5FeSi	$Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$
HV0,01	61	77	94	979	685

Železité intermetalické fázy Al_5FeSi vykazovali výrazne vyššiu priemernú mikrotvrdość a to až 979 HV, pričom bola zaznamenaná vysoká variabilita výsledkov. V niektorých prípadoch boli hodnoty mikrotvrdości vyššie ako 1100 HV, zatiaľ čo v iných prípadoch bol zaznamenaný výrazný pokles na 350 – 400 HV. Táto variabilita bola spôsobená rôznym tvarom a rozložením doskovitých Al_5FeSi fáz, kedy vtlačky smerujúce do tenkých okrajov alebo menej hrubých častí zaznamenali nižšie hodnoty. Výrazne vysoká tvrdosť v niektorých miestach a praskanie týchto doštičiek počas merania potvrdzujú extrémne krehkú povahu týchto Fe-intermetalických fáz.

Intermetalické fázy $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ boli analyzované v tavných s prídavkom Mn. Tieto fázy vykazovali ešte väčšiu variabilitu v hodnotách mikrotvrdości ako fázy Al_5FeSi – niektoré vtlačky dosiahli hodnoty až 1200 HV, zatiaľ čo iné, iba okolo 200 HV. Platí tu rovnaké vysvetlenie ako pri fáze Al_5FeSi – morfológia čínskeho písma (kostrovitých útvarov) je veľmi komplexná a hĺbka či orientácia vtlačku vzhľadom na tvar fázy významne ovplyvňuje nameranú tvrdosť. Dôležité je však zdôrazniť, že aj najnižšia nameraná tvrdosť týchto fáz bola výrazne vyššia ako tvrdosť matrice.

Výsledky skúšky mikrotvrdości podľa Vickersa zdôrazňujú rozmanitosť intermetalických fáz v sekundárnych zliatinách $AlSi7Mg0,3$ a poukazujú na význam samostatného hodnotenia týchto fáz, ako aj na potrebu opatrnej interpretácie výsledkov mikrotvrdości vzhľadom na ich zložitý tvar a orientáciu.

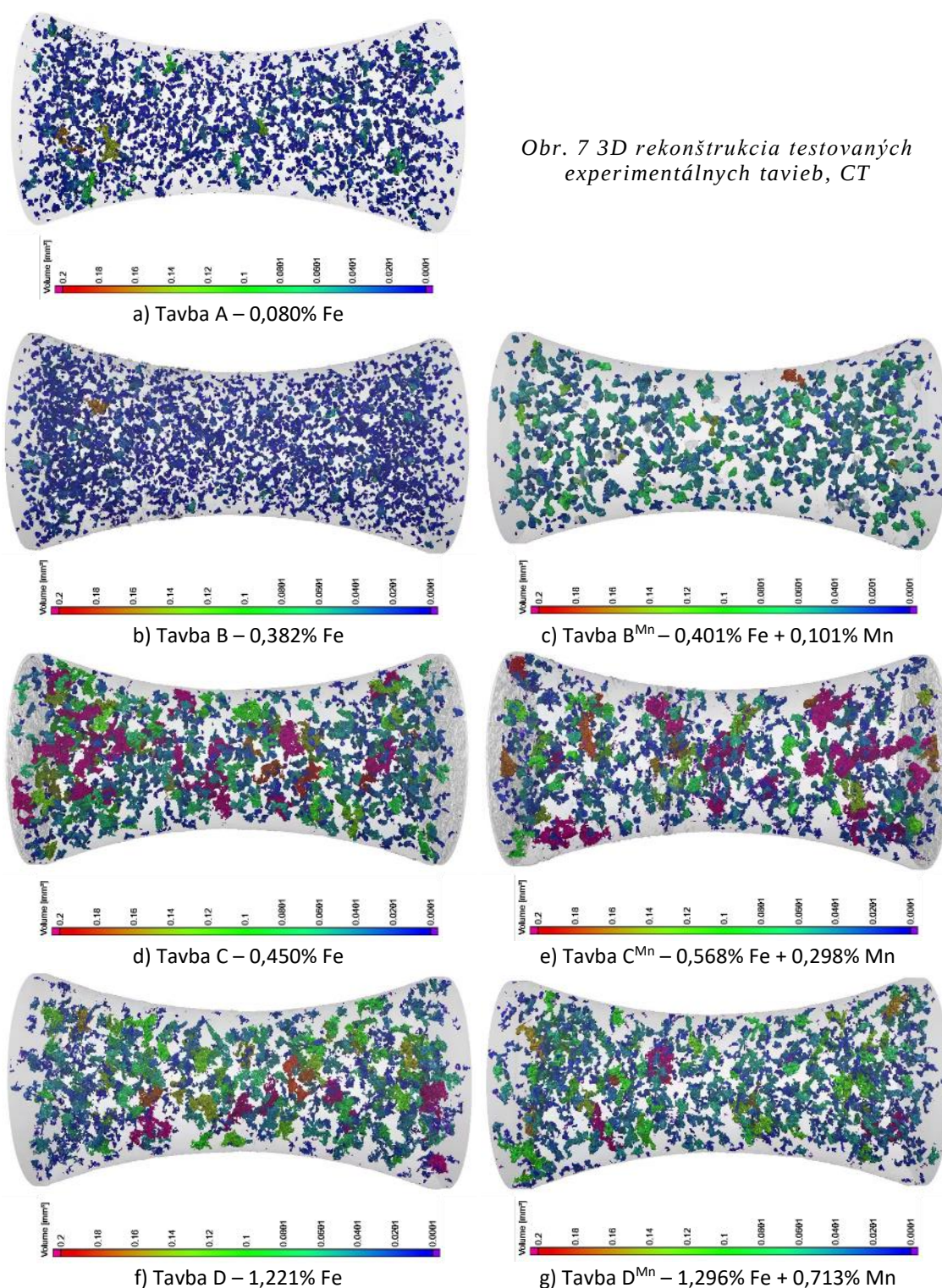
5.4 Počítačová tomografia – CT

Na posúdenie vnútorných liacich defektov a ich vplyvu na únavovú životnosť experimentálnych taviieb bolo realizované počítačové tomografické (CT) skenovanie. CT skeny boli vykonané na vzorkách, ktoré boli následne podrobené skúškam na únavu ohybom za rotácie. Cieľom bolo preskúmať možnú koreláciu medzi liacimi defektmi – ich tvarom, veľkosťou a rozložením – a únavovou životnosťou materiálu.

Počítačová tomografia, aj napriek veľmi výraznej časovej náročnosti umožnila detailné 3D rekonštrukcie vzoriek, pričom identifikovala jednotlivé liace defekty podľa objemu, polohy a morfológických parametrov (sféricosť a kompaktnosť).

Trojrozmerné rekonštrukcie reprezentatívnych vzoriek sú na Obr. 7, liace defekty sú farebne rozlíšené podľa ich objemu. Tieto skeny znázornili priestorové rozloženie pórovitosti a potvrdili rozdiely vo veľkosti a koncentrácii pórov. Tavby A (0,080 % Fe) a B (0,382 % Fe) obsahovali malé, rovnomerne rozložené guľovité póry, typické pre plynovú pórovitosť, ktorá vzniká v dôsledku zachytávania vodíka počas tavenia a tuhnutia. Stiahnutiny sa v týchto tavných nachádzali ojedinele.

Obr. 7 3D rekonštrukcia testovaných experimentálnych tavieb, CT



Naopak, Tavby B^{Mn} (0,401 % Fe + 0,101 % Mn), C (0,450 % Fe) a D (1,221 % Fe) vykazovali väčšie, nepravidelné póry, sústredené najmä v interdendritických oblastiach, čo je typické pre stiahnutiny spôsobené nedostatočnou rýchlosťou taveniny pri tuhnutí. Tavba B^{Mn} neprekázala zlepšenie oproti Tavbe B, čo naznačuje, že prídavok Mn bol nedostatočný a pórovitosť mohol dokonca zhoršiť.

Tavby C^{Mn} (0,568 % Fe + 0,298 % Mn) a D^{Mn} (1,296 % Fe + 0,713 % Mn) vykazovali rovnomernejšie rozloženie pórovitosti v porovnaní s Tavbami C a D, čo naznačuje čiastočné zjemnenie. Tavba D^{Mn} však

stále obsahovala vysoký počet pórov, čo naznačuje, že obsah Mn nebol dostatočný na potlačenie tvorby veľkých pórov.

Kvantitatívna analýza bola realizovaná pomocou CSV súborov obsahujúcich surové údaje o liacich defektoch, ktoré sú zhrnuté v Tab. 5. Hodnotené boli kľúčové parametre:

- Celkový objem pórovitosti (mm^3);
- Priemerný a maximálny priemer pórov, a smerodajná odchýlka (mm).

Tab. 5 Parametre pórovitosti experimentálnych zliatin (všetky v mm okrem objemu mm^3)

Tavba	Tavba A	Tavba B	Tavba B ^{Mn}	Tavba C	Tavba C ^{Mn}	Tavba D	Tavba D ^{Mn}
Celkový objem pórovitosti [mm^3]	17,641	20,723	26,466	29,980	24,309	20,797	27,418
Priemerný priemer pórov	0,309	0,332	0,578	0,529	0,254	0,439	0,449
Maximálny priemer pórov	2,310	1,750	2,010	4,040	3,520	3,940	3,480
Smerodajná odchýlka	0,243	0,196	0,343	0,521	0,347	0,508	0,451

Údaje získané počítačovou tomografiou potvrdili, že chemické zloženie a prídavok Mn výrazne ovplyvňujú charakter pórovitosti. Hoci Mn vo všeobecnosti znižuje tvorbu doskovitých Fe-intermetalických fáz čím zlepšuje plnenie formy, jeho vplyv na liace defekty je menej konzistentný.

Tavby B^{Mn} a C vykazovali najvyšší **priemerný priemer pórov** (0,578 mm a 0,529 mm), čo poukazuje na slabé plnenie formy počas tuhnutia. Naopak, Tavby C^{Mn} a A (0,254 mm a 0,309 mm) obsahovali menšie liace defekty, čo naznačuje priaznivý vplyv nízkeho obsahu Fe a optimálneho pomeru Mn/Fe.

Maximálne priemery pórov boli najvyššie v Tavbách C a D (4,040 mm a 3,940 mm). V Tavbách C^{Mn} a D^{Mn} došlo len k miernemu zníženiu týchto hodnôt, čo poukazuje na obmedzené zjemnenie liacich defektov v dôsledku vysokého obsahu Fe alebo nevyváženého pomeru Mn/Fe.

Celkový objem pórovitosti bol najvyšší v tavbách C, B^{Mn} a D^{Mn}, zatiaľ čo najnižší objem (17,641 mm^3) bol zaznamenaný pri Tavbe A, čo korešponduje s jej nízkym obsahom Fe. Aj keď Tavba D vykazovala nižší celkový objem pórov než C, väčšie rozmery defektov naznačujú väčší negatívny vplyv na únavovú životnosť. Vyššie **smerodajné odchýlky** v tavbách s vyšším obsahom Fe poukazujú na heterogénnejšie rozloženie pórov, čo môže zvyšovať lokálne koncentrácie napätia.

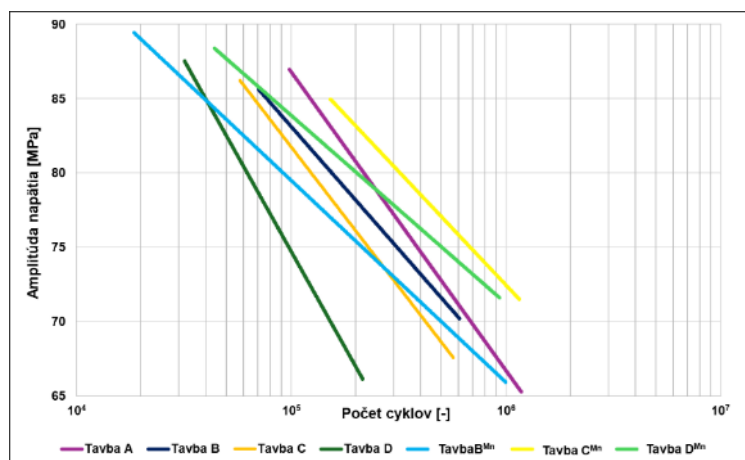
Celkovo analýza CT potvrdzuje, že obsah Fe a prídavok Mn majú zásadný vplyv na veľkosť, rozloženie a závažnosť liacich defektov v sekundárnych AlSi7Mg0,3 zliatinách.

5.5 Skúšky na únavu ohybom za rotácie

Únavové správanie experimentálnych taviieb AlSi7Mg0,3, bez prídavku mangánu (A, B, C, D) aj po jeho pridaní (B^{Mn}, C^{Mn}, D^{Mn}), bolo hodnotené pomocou skúšok na únavu ohybom za rotácie ohybe v oblasti vysoko-cyklického zaťaženia. Vzorky boli testované pri amplitúdach napätia 68 MPa, 78 MPa a 88 MPa.

Únavová životnosť sa so zvyšujúcou sa amplitúdou napätia podľa očakávaní znižovala. Tavba A (0,080 hm. % Fe) dosiahla najvyššiu únavovú životnosť pri všetkých úrovniach zaťaženia, vrátane 88 MPa, čo potvrdzuje, že nízky obsah železa zabezpečuje dobré únavové vlastnosti. So zvyšujúcim sa obsahom Fe (A → D) dochádzalo k predpokladanému výraznému poklesu životnosti. Tavba D mala najnižšiu únavovú životnosť, aj pri nižších úrovniach napätia. Tento pokles sa pripisuje predovšetkým prítomnosti krehkých doskovitých Fe-intermetalických fáz (Al_5FeSi) a liacich defektov, ktoré pôsobia ako miesta iniciácie a šírenia únavových trhlín.

Po pridaní mangánu sa únavové správanie líšilo (Obr. 8). Tavba B^{Mn} vykazovala napriek prídavku Mn najnižšiu únavovú odolnosť spomedzi tavieb s prídavkom Mn, najmä pri 88 MPa, čo pravdepodobne súvisí s neúplnou transformáciou doskovitých železitých fáz na fázy s priaznivejšou morfológiou (kostrovité, alebo čínske písmo) a vysokou koncentráciou liacich defektov.



Obr. 8 Porovnanie Wöhlerových kriviek pre tavby bez a po prídavku mangánu

Naopak, Tavba C^{Mn} vykazovala najlepšie únavové správanie medzi tavbami s prídavkom Mn, pričom si udržala stabilnú únavovú životnosť pri všetkých amplitúdach, čo naznačuje úspešnú štruktúrnu modifikáciu. Tavba D^{Mn} ukázala zlepšenie pri nižších napätiach, no jej životnosť sa výrazne znížila pri vyššom zaťažení, čo poukazuje na pretrvávajúce koncentrátoory napätia v mikroštruktúre.

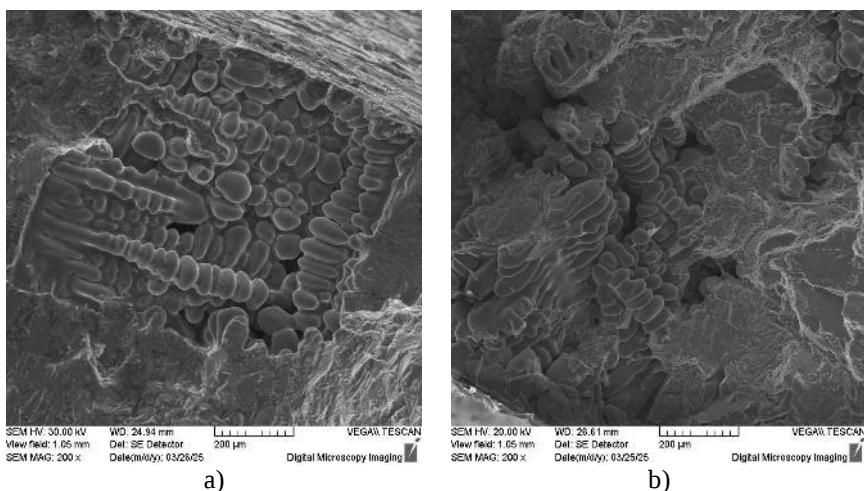
Celkovo mal prídavok Mn pozitívny vplyv na únavovú životnosť, najmä pri strednom obsahu Fe. V prípade tavieb B/ B^{Mn} bol pomer $\text{Mn}/\text{Fe} = 0,25$ nedostatočný na úplnú modifikáciu doskovitých Fe fáz, čo viedlo k slabšej životnosti. Najväčšie zlepšenie bolo zaznamenané pri tavbe C/ C^{Mn} , kde pomer $\text{Mn}/\text{Fe} = 0,52$ podporil premenu $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ na kompaktniejšiu α -fázu, čím sa znížil počet možných koncentrátorov napätia. Pri Tavbe D/ D^{Mn} bol pomer $\text{Mn}/\text{Fe} = 0,56$ – vyšší než ideálny – no aj napriek tomu bolo zlepšenie pozorované pri nižšom zaťažení.

5.6 Fraktografická analýza lomových plôch po skúškach na únavu

Prítomnosť vrstvy Al_2O_3 na lomových plochách sťažovala REM analýzu aj interpretáciu, keďže čiastočne prekryla lomové plochy. Napriek tomu sa podarilo identifikovať tri typické oblasti povrchu lomu: iniciačné miesto únavovej trhliny – ohnisko (Zóna I), oblasť únavového porušenia (Zóna II) a oblasť dolomenia (Zóna III), kde došlo k úplnému zlyhaniu materiálu.

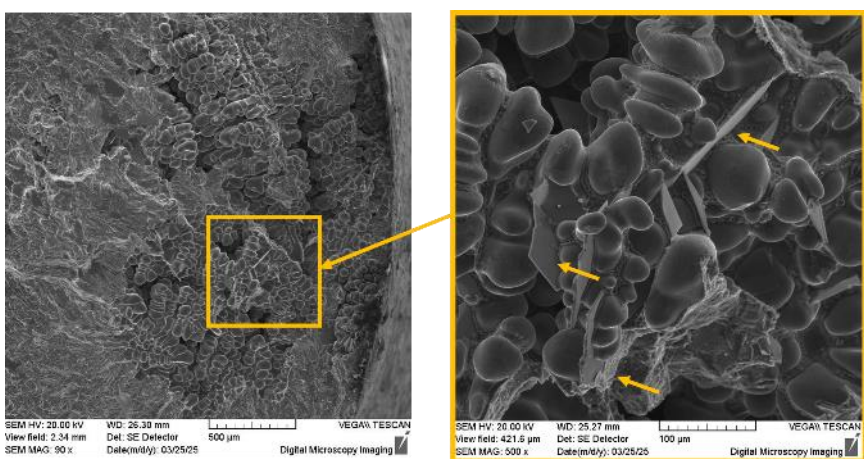
Vo všetkých tavných – bez ohľadu na prídavok Mn alebo aplikovanú úroveň napätia (68, 78 a 88 MPa) – neboli pozorované výrazné rozdiely v mikromechanizmoch porušenia. To naznačuje, že obsah Fe ani prídavok Mn významne neovplyvnili správanie únavového šírenia trhlín v rámci testovaného rozsahu.

Vo všetkých vzorkách, či už s prídavkom Mn alebo bez neho, sa únavové trhliny iniciovali na povrchu alebo v tesnej blízkosti povrchu v dôsledku liacich defektov – najčastejšie plynových pórov alebo stiahnutí (Obr. 9). Tieto defekty pôsobili ako koncentrátoři napätia, ktoré uľahčovali vznik trhlín. Ich počet a rozloženie ovplyvňovali počet vzniknutých trhlín, čo podčiarkuje význam kvality odliatku pre únavové vlastnosti.



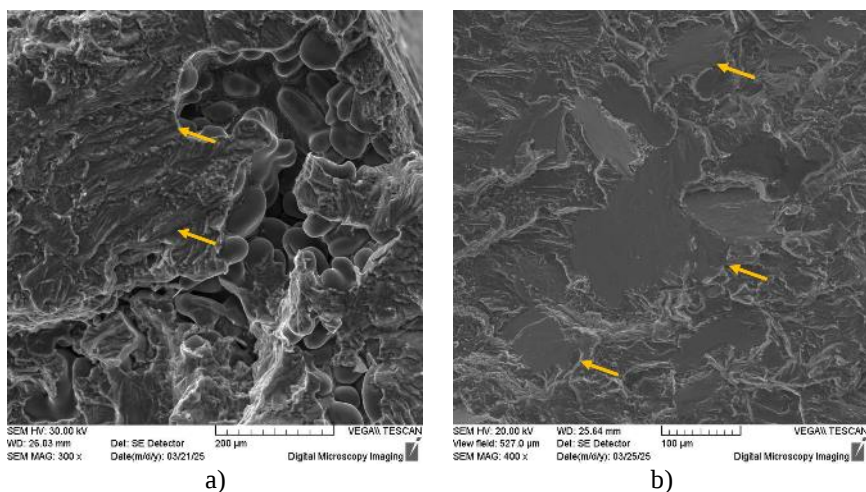
Obr. 9 Iniciačné miesta trhlín Tavba C^{Mn} (a) and Tavba D (b), REM

Obr. 10 zobrazuje Tavbu D, v ktorej rozsiahla stiahnutina zaberá podstatnú časť skúmanej lomovej oblasti. Jasne sú viditeľné dendrity a tenké doskovité železité intermetalické fázy, čo potvrdzuje ich prítomnosť v mieste iniciácie trhliny (žltá šípka).



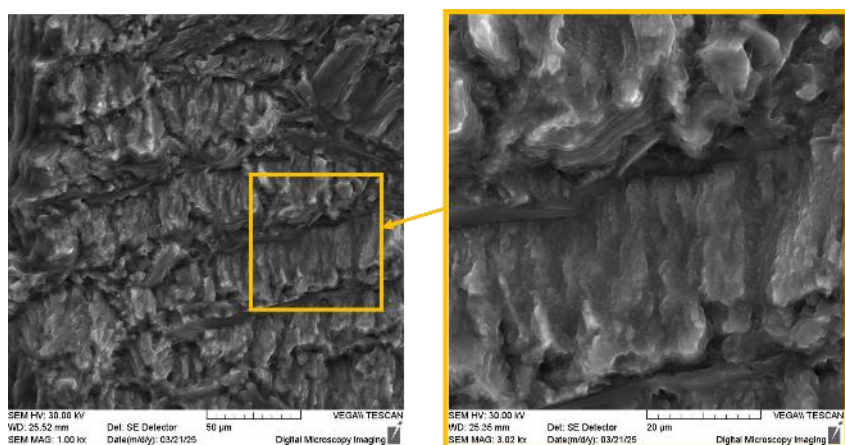
Obr. 10 Iniciačné miesto trhliny – stiahnutina – Tavba D, REM

V blízkosti iniciácie trhliny vykazovala matrica transkrýštalický lom so slabou terasovitou, vejárovitou kresbou (Obr. 11a), ktorá bola konzistentná naprieč všetkými vzorkami. Únavové trhliny sa šírili transkrýštalicky cez matricu, zatiaľ čo Fe-intermetalické fázy, najmä $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, vykazujú medzifázové porušenie, ktoré sa na snímkach prejavovalo ako hladké, tmavé oblasti (Obr. 11b).



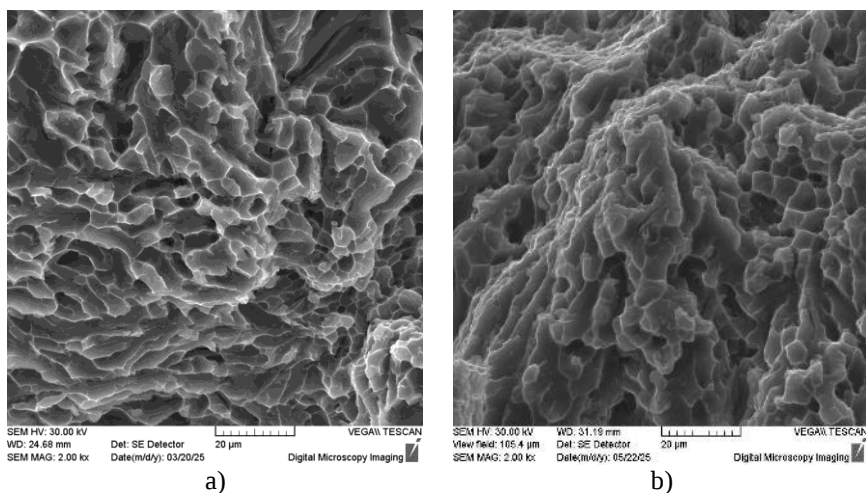
Obr. 11 Oblasť v blízkosti iniciačného miesta trhliny a); medzifázové porušenie Fe-intermetalických fáz b) obe Tavba A, REM

V oblasti šírenia trhliny bol pozorovaný transkrýštalický tvárny lom α -fázy a jemný terasovitý reliéf. Striace (Obr. 12) boli slabo viditeľné alebo sa na lomových plochách ani nevyskytovali, pravdepodobne v dôsledku oxidových vrstiev alebo rýchleho šírenia trhliny, ktoré obmedzilo ich tvorbu.



Obr. 12 Striace prítomné na únavovej lomovej ploche – Tavba B, REM

V oblasti dolomenia (Obr. 13) vykazovali všetky tavby transkrýštalický tvárny lom s jamkovou morfológiou.



Obr. 13 Oblasť dolomenia – Tavba A a) and Tavba D^{Mn} b), REM

Tvar jamiek odrážal tyčinkovitú morfológiu častíc eutektického kremíka, pričom na lomových plochách boli pozorované predĺžené jamky. Táto zóna predstavuje konečné dolomenie po postupnom šírení únavovej trhliny.

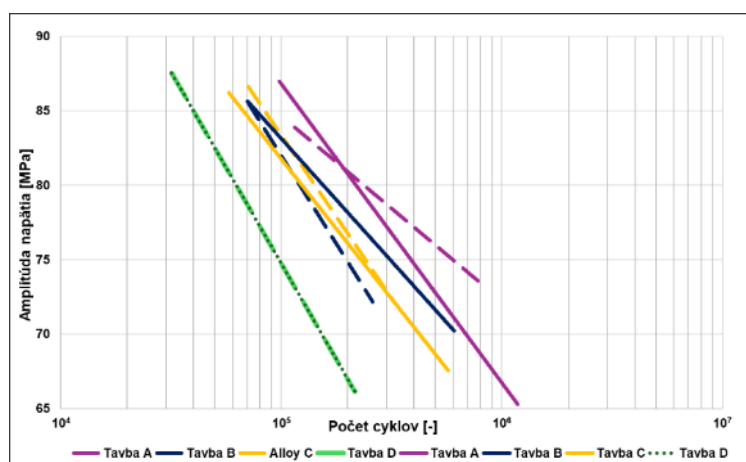
5.7 Skúšky na únavu ohybom za rotácie po vystavení koróznemu prostrediu

Únavové správanie sekundárnych zliatin AlSi7Mg0,3 bez prídavku mangánu (A, B, C, D) aj s jeho prídavkom (B^{Mn} , C^{Mn} , D^{Mn}), bolo hodnotené po 21-dňovej expozícii v roztoku 3,5 % NaCl. Únavová odolnosť bola testovaná ohybom za rotácie pri napätiach 68, 78 a 88 MPa.

Výsledky ukazujú rovnaký trend ako pri skúškach na únavu bez vystaveniu vzoriek koróznemu prostrediu: únavová životnosť klesala so zvyšujúcim sa obsahom Fe. Tavba A (0,080 hm. % Fe) dosiahla najvyššiu únavovú životnosť, najmä pri nižších úrovniach napätia. Tavba B zaznamenala zhoršenú únavovú životnosť, čo potvrdzuje, že aj zvýšený obsah Fe negatívne ovplyvňuje únavovú odolnosť. Tavba C, s podobným obsahom Fe, vykazovala porovnateľné správanie. Tavba D (1,221 hm. % Fe) mala najhoršiu únavovú životnosť, čo sa očakávalo vzhľadom na vysokú koncentráciu liacich defektov a Fe-intermetalických fáz.

Prídavok Mn vo všeobecnosti zlepšil únavové vlastnosti vzoriek po korózii. Tavba B^{Mn} však vykázala zníženie životnosti v porovnaní s Tavbou B, pravdepodobne v dôsledku nízkeho pomeru Mn/Fe a vysokej pórovitosti. Tavba C^{Mn} dosiahla najlepšiu únavovú odolnosť spomedzi taviieb s prídavkom mangánu, čo sa pripisuje pomeru $\text{Mn/Fe} = 0,52$. Tavba D^{Mn} vykazovala len obmedzené zlepšenie, najmä pri nízkych napätiach, čo naznačuje, že prídavok Mn nestačil na kompenzáciu negatívneho vplyvu vysokého obsahu Fe a korózie.

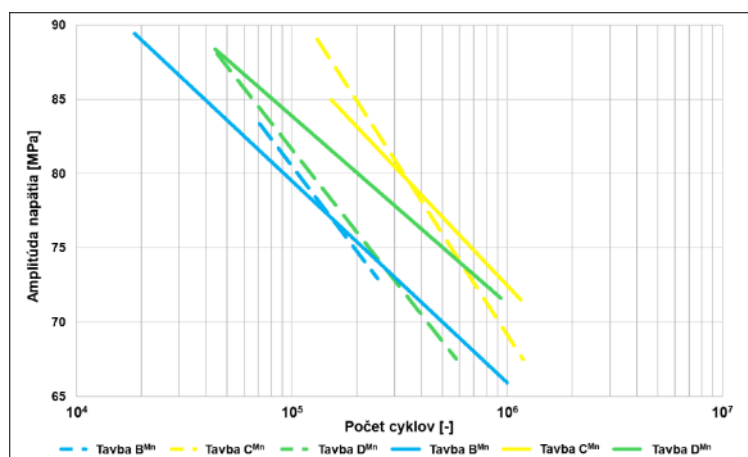
Obr. 14 porovnáva Wöhlerove krivky taviieb bez prídavku mangánu v stave po odliatí a po vystavení koróznemu prostrediu. Čiarkované línie (po vystavení korózií) ukazujú pokles únavovej životnosti vo všetkých taviibách okrem Tavby D, kde mala korózia zanedbateľný dodatočný vplyv vzhľadom na už existujúce defekty.



Obr. 14 Porovnanie Wöhlerových kriviek pre taviie bez prídavku mangánu, v stave „as-cast“ a po vystavení koróznemu prostrediu

Obr. 15 zobrazuje Wöhlerove krivky taviieb s prídavkom mangánu v stave „as-cast“ a po vystavení koróznemu prostrediu (čiarkované). Únavová životnosť Taviieb B^{Mn} a C^{Mn} zostala prakticky nezmenená.

Avšak Tavba D^{Mn} vykazovala zreteľný pokles únavovej životnosti pri najnižšom napätí, dokonca pod úroveň Tavby B^{Mn}, čo poukazuje na stále prítomné koncentráto­ry napätia v mikroštruktúre.



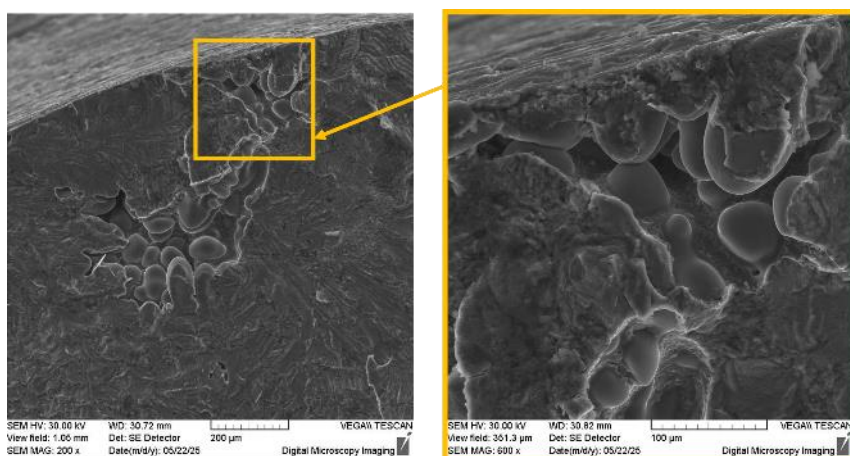
Obr. 15 Porovnanie Wöhlerových kriviek pre tavby s prídavkom mangánu, v stave „as-cast“ a po vystavení koróznemu prostrediu

5.8 Fraktografická analýza lomových plôch po skúškach na únavu

Vo všetkých tavbách v stave po odliatí a po vystavení koróznemu prostrediu v 3,5 % NaCl predstavovala prítomnosť vrstvy Al₂O₃ na lomových plochách výzvu pre snímanie a interpretáciu lomových plôch, keďže čiastočne tieto plochy zakrývala.

Mikrofraktografická analýza neodhalila významné rozdiely v mikromechanizmoch porušenia medzi jednotlivými tavbami s prídavkom Mn aj bez neho, bez ohľadu na aplikovanú amplitúdu napätia, zvyšujúci sa obsah Fe alebo prítomnosť korózie. Medzi vzorkami pred a po korózii neboli pozorované žiadne odlišnosti v mechanizmoch porušenia.

Iniciácia únavových trhlín bola vo všetkých testovaných vzorkách spojená predovšetkým s liacimi defektmi (Obr. 16). Tieto defekty pôsobili ako koncentráto­ry napätia, ktoré viedli k vzniku trhlín. Počet liacich defektov v blízkosti povrchu alebo na povrchu vzoriek koreloval s počtom iniciačných miest, čo podporuje tvrdenie, že liace defekty zohrávajú kľúčovú úlohu v únavovej životnosti Al-zliatin.



Obr. 16 Iniciačné miesto trhliny – viditeľné korózne napadnutie, Tavba A, REM

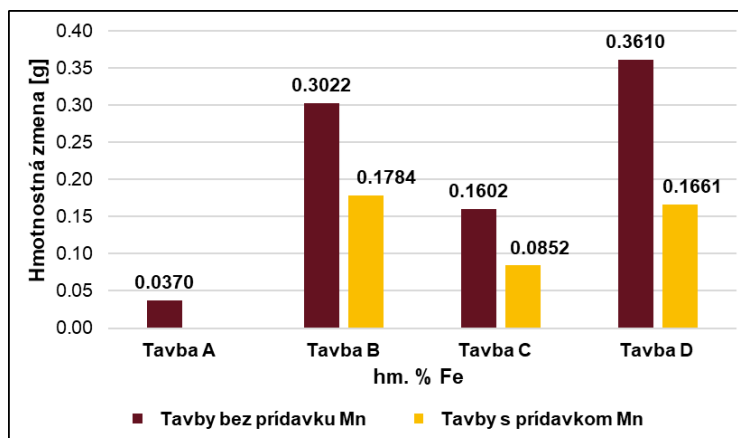
Jediný rozdiel medzi iniciačnými miestami trhlín vo vzorkách po odliatí a po expozícii v koróznom prostredí bola prítomnosť korózneho napadnutia na povrchu alebo v jeho blízkosti (Obr. 16). Tento jav bol pozorovaný vo všetkých analyzovaných vzorkách. Korózne napadnutie však nepokračovalo hlbšie do objemu materiálu.

5.9 Korózne skúšky

Korózne skúšky poskytli prehľad o koróznej odolnosti experimentálnych taviieb, najmä z hľadiska úbytku hmotnosti, povrchovej degradácie a elektrochemickej aktivity. Osobitný dôraz bol kladený na vplyv obsahu železa a prídavku mangánu na koróznú odolnosť, keďže tieto prvky ovplyvňujú tvorbu a morfológiu intermetalických fáz, ktoré riadia korózne správanie, ako aj vplyv liacich defektov na priebeh koróznych procesov.

AUDI test

Rozsah degradácie materiálu v dôsledku korózie bol kvantifikovaný na základe úbytku hmotnosti jednotlivých vzoriek po ukončení skúšky. Tavba A (0,080 hm. % Fe) vykázala najnižší úbytok hmotnosti (0,0370 g), čo potvrdzuje, že nízky obsah železa zvyšuje koróznú odolnosť. So zvyšujúcim sa obsahom Fe sa korózne napadnutie zhoršovalo – najvyšší úbytok hmotnosti (0,3610 g) vykázala Tavba D s najvyšším obsahom Fe (1,221 hm.%). Tento trend je v súlade s úlohou Fe-intermetalických fáz ako lokálnych katód, podporujúcich mikrog galvanickú koróziu. Prídavok mangánu mal konzistentne pozitívny vplyv na koróznú odolnosť. Tavba B^{Mn} zaznamenala pokles úbytku hmotnosti o 41,0 % v porovnaní s Tavbou B (z 0,3022 g na 0,1784 g), Tavba C^{Mn} zaznamenala pokles o 46,8 % (na 0,0852 g). Tavba D^{Mn} vykázala najvyššie relatívne zlepšenie – 54,0 %. Napriek tomu dosiahla Tavba C^{Mn} najlepšiu celkovú koróznú odolnosť, a to vďaka najnižšiemu absolútnemu úbytku hmotnosti (Obr. 17).



Obr. 17 Hmotnostné zmeny experimentálnych taviieb po AUDI teste

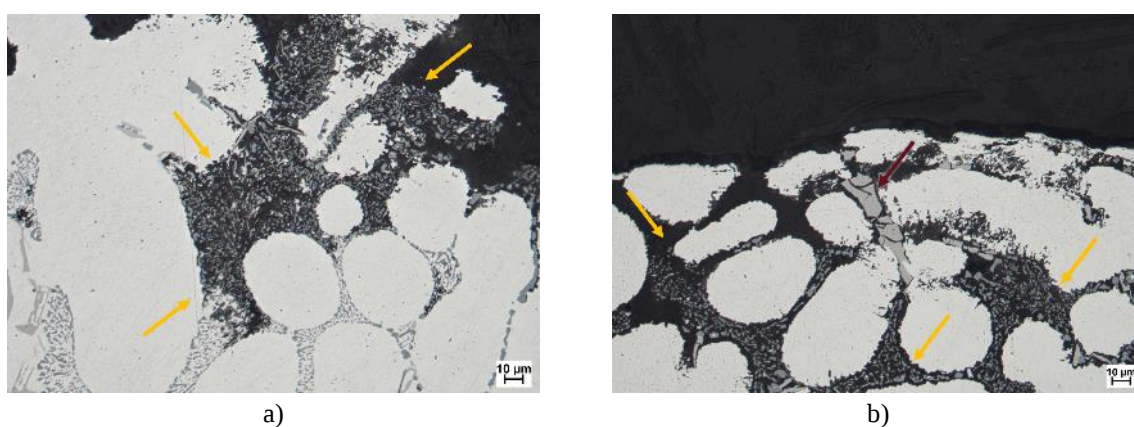
Tieto výsledky potvrdzujú pozitívny účinok mangánu, ktorý znižuje koróznú aktivitu doskovitých Fe-fáz ich transformáciou na elektrochemicky menej aktívne formy, čím minimalizuje lokálnu galvanickú koróziu a spomaľuje jej šírenie – a to aj pri vyššom obsahu Fe, ako v prípade Tavby C (0,450 hm. % Fe).

Makroskopickou analýzou povrchu bolo zistené, že všetky vzorky vykazovali známky jamkovej korózie, pričom s rastúcim obsahom Fe sa jamky zväčšovali a prehĺbovali, najmä na okrajoch vzoriek. Na povrchoch sa nenašli žiadne korózne produkty. Najvýraznejšie napadnutie vzoriek bez Mn bolo pozorované v Tavbe D (1,221 hm. % Fe). Tavby s prídavkom mangánu vykazovali celkovo miernejšie

korózne napadnutie, čo zodpovedá výsledkom gravimetrie. Najväčšie korózne jamky boli pozorované pri Tavbe B^{Mn}.

Metalografická analýza pričných rezov, potvrdila, že jamková korózia začína na povrchu vzoriek. Začiatok korózneho napadnutia (označený žltou šípkou) je na vzorke zreteľne viditeľný. Korózia postupuje smerom do hĺbky pozdĺž eutektických oblastí, pričom v rámci týchto oblastí korózia zasahuje iba α -fázu, zatiaľ čo eutektický kremík zostáva neporušený. Prvky ako železo a kremík sú voči hliníku katodické, a preto môžu spolu vytvárať mikrogalvanický článok.

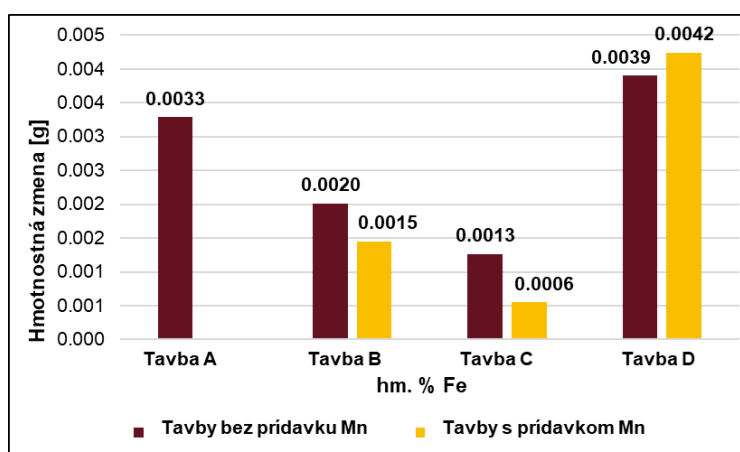
Obr. 18 zobrazuje korózne napadnutie v okolí Fe-intermetalických fáz Al₅FeSi (označené červenou šípkou). Tieto fázy zostávajú nedotknuté, čo ďalej podporuje ich katodické správanie. V dôsledku toho častice kremíka a doštičkovité fázy Al₅FeSi pôsobia ako lokálne katódy voči α -fáze, čím dochádza k lokálnej galvanickej reakcii a vzniku jamkovej korózie.



Obr. 18 Korózne napadnutie v Tavbe B^{Mn} – pričný rez

3,5 % NaCl

Korózne správanie experimentálnych taviieb bolo ďalej analyzované pomocou 21-dňovej ponorovej skúšky v roztoku 3,5 % NaCl. Všetky tavby zaznamenali úbytok hmotnosti, čo potvrdzuje prebiehajúcu degradáciu materiálu počas expozície vzoriek v koróznom roztoku.



Obr. 19 Hmotnostné zmeny experimentálnych taviieb po ponorovej skúške v 3,5 % NaCl

Medzi tavbami bez prídavku mangánu sa hodnota hmotnostného úbytku zvyšovala so zvyšujúcim sa obsahom Fe – Tavba A – 0,0033 g → Tavba D – 0,0039 g. Zaujímavé je, že Tavby B a C, s vyšším obsahom Fe ako Tavba A, dosiahli nižší úbytok hmotnosti (0,0020 g a 0,0013 g), čo naznačuje, že korózna

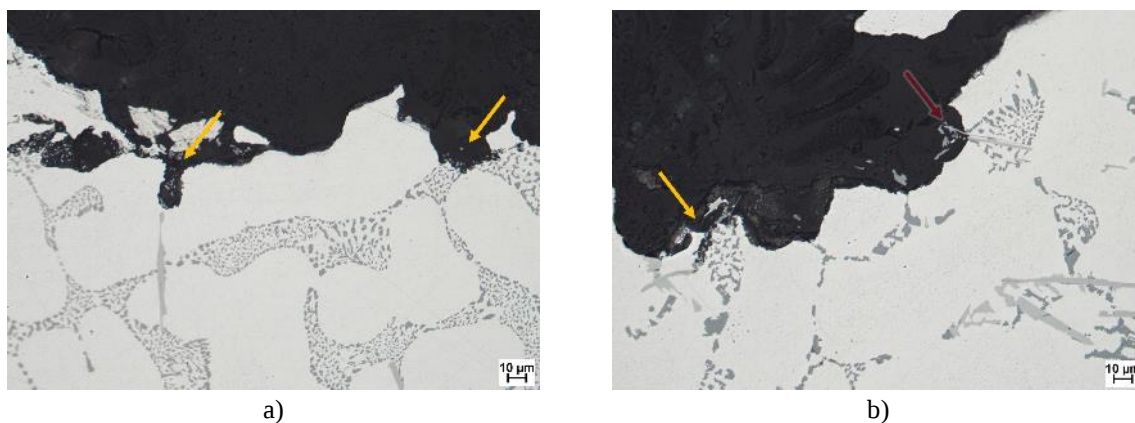
odolnosť závisí nielen od obsahu Fe, ale aj od mikroštruktúrnych charakteristík a prítomnosti ďalších legujúcich prvkov.

Prídavok mangánu vo všeobecnosti zlepšil koróznú odolnosť, najvýraznejšie pri Tavbe C^{Mn} , ktorá dosiahla najnižší úbytok hmotnosti zo všetkých vzoriek – 0,0006 g. Rovnako Tavba B^{Mn} vykazovala nižší úbytok (0,0015 g) v porovnaní s Tavbou B. Naopak, Tavba D^{Mn} zaznamenala mierne zvýšenie úbytku hmotnosti (0,0042 g) v porovnaní s Tavbou D, čo naznačuje, že pri vyššom obsahu Fe môže byť účinok mangánu obmedzený alebo potlačený inými faktormi, najmä pomerom Mn/Fe a morfológiou fáz. Ďalším možným vysvetlením môže byť prítomnosť koróznych produktov hlboko v póroch povrchu vzoriek.

Po gravimetrickej analýze bola vykonaná analýza korózneho napadnutia povrchu, pričom výsledky potvrdzujú výskyt jamkovej korózie na všetkých hodnotených vzorkách. Na povrchu experimentálnych taviieb neboli pozorované žiadne korózne produkty.

So zvyšujúcim sa obsahom Fe sa korózne jamky zväčšovali a prehĺbovali, najmä vo vzorkách Taviieb C (0,450 hm. % Fe) a D (1,221 hm. % Fe). Po prídavku Mn boli korózne jamky pozorované predovšetkým na okrajoch vzoriek, avšak korózne napadnutie bolo menej závažné. Tavba D^{Mn} bola v tomto prípade najviac napadnutá zo všetkých taviieb bez prídavku mangánu.

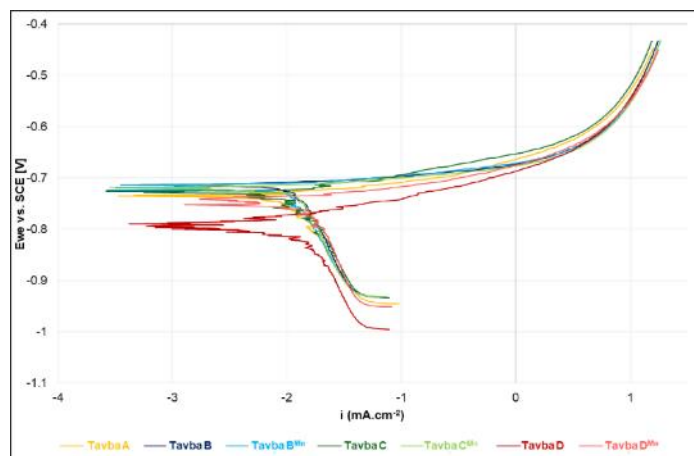
Po makroskopickkej analýze bola vykonaná aj metalografická analýza priečnych rezov – na reprezentatívnych vzorkách, s cieľom dokumentovať typický priebeh korózneho napadnutia. Táto analýza potvrdila, že korózia začala na povrchu vzorky. Začiatok korózneho napadnutia je jasne viditeľný (žltá šípka) a korózia postupuje smerom do hĺbky pozdĺž eutektických oblastí. Je však zrejmé, že korózne napadnutie nie je také výrazné ani hlboké ako po AUDI teste. Na Obr. 20b (červená šípka) je viditeľná intermetalická fáza Al_5FeSi , ktorá zostáva zreteľne nezasiahnutá koróziou, ktorá ju obklopuje.



a) b)
Obr. 20 Korózne napadnutie v Tavbe D – priečny rez

Potenciodynamické polarizačné skúšky

Korózne správanie experimentálnych zliatin $AlSi7Mg0,3$ bolo hodnotené aj pomocou potenciodynamických polarizačných skúšok v roztoku 3,5 % NaCl. Kľúčovými sledovanými parametrami boli: korózný potenciál (E_{corr}), hustota korózneho prúdu (i_{corr}) a rýchlosť korózie, vypočítaná pomocou Tafelovej extrapolačnej metódy (Obr. 21, Tab. 6).



Obr. 21 Výsledky potenciodynamických polarizačných skúšok – Tafelove krivky

Tafelove krivky zobrazujú anodickú aj katodickú vetvu pre všetky tavby. Tavba A (0,080 hm. % Fe) vykazovala najuľachtlejší korózny potenciál a najnižšiu hodnotu i_{corr} , čo poukazuje na najlepšiu koróznú odolnosť. So zvyšujúcim sa obsahom Fe dochádzalo k posunu E_{corr} do negatívnejších hodnôt a zvýšeniu hustoty korózneho prúdu i_{corr} , čo potvrdzuje negatívny vplyv Fe-intermetalických fáz, ktoré pôsobia ako lokálne katódy a urýchľujú mikrogalvanickú koróziu. Tavba D mala najnižšiu koróznú odolnosť, pričom vykazovala najnegatívnejší korózny potenciál ($-0,791$ V), najvyššiu hustotu prúdu i_{corr} ($14,003 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) a najvyššiu rýchlosť korózie ($0,463$ mm/rok), čo korešponduje s jej vysokým obsahom Fe ($1,221$ hm. %).

Tab. 6 Výsledky potenciodynamických polarizačných skúšok experimentálnych tavieb

	Tavba A	Tavba B	Tavba B ^{Mn}	Tavba C	Tavba C ^{Mn}	Tavba D	Tavba D ^{Mn}
E_{corr} [V vs SCE]	- 0.734	- 0.714	- 0.718	- 0.751	- 0.711	- 0.791	- 0.742
i_{corr} [$\mu\text{A}/\text{cm}^2$]	10.707	11.733	10.992	11.953	10.669	14.003	11.938
Korózna rýchlosť [mm/year]	0.354	0.388	0.398	0.395	0.336	0.463	0.395

Cieľom prídavku Mn bolo transformovať doskovité Fe-bohaté intermetalické fázy na menej škodlivé formy (čínske písmo alebo kostrovité fázy), čím by sa zlepšila korózná odolnosť. Tento účinok bol čiastočne dosiahnutý:

- Tavba B^{Mn} vykazovala znížené i_{corr} a rýchlosť korózie v porovnaní s tavbou B, čo naznačuje premenu doskovitých fáz Al_5FeSi na fázu $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_2\text{Si}_3$.
- Tavba C^{Mn} preukázala mierne zlepšenie oproti tavbe C.
- Tavba D^{Mn} však zostala vysoko aktívna, pravdepodobne v dôsledku nedostatočného pomeru Mn/Fe ($< 0,5$), ktorý je potrebný na úplnú neutralizáciu účinku doskovitých Fe-intermetalických fáz.

6 Prínos pre ďalší rozvoj vedy a pre prax

Sekundárne hliníkové zliatiny sú považované za novú generáciu hliníkových zliatin. Vďaka svojmu potenciálu opakovanej recyklácie ponúkajú riešenia pre efektívne nakladanie s odpadom a znižovanie environmentálnych dopadov priemyselnej výroby.

Dizertačná práca prináša podrobnú a systematickú štúdiu vplyvu zvyšujúceho sa obsahu železa a prídavku mangánu v sekundárnych zliatinách AlSi7Mg0,3 (v liatom stave) s vyšším obsahom železa, s cieľom doplniť a rozšíriť stávajúce poznatky o sekundárnych Al-zliatinách na odliatky.

V práci boli komplexne využité metódy kvantitatívnej analýzy, rastrovacej elektrónovej mikroskopie (REM), EDX analýzy, skúšky tvrdosti, skúšky na únavu ohybom za rotácie (vzorky v stave po odliatí a po expozícii v koróznom prostredí) a korózne skúšky. Tieto metódy boli doplnené o počítačovú tomografiu, ktorá poskytuje jedinečný a komplexný pohľad na mikroštruktúrne a mechanické správanie sekundárnych zliatin AlSi7Mg0,3 s vyšším obsahom železa.

Dizertačná práca ukázala význam kritickej hranice pomeru $\text{Mn/Fe} - 0,5$, ktorý sa ukázal ako hraničná hodnota pre efektívnu premenu morfológie intermetalických fáz. Práve táto zmena, tenkých a krehkých doskovitých železitých intermetalických fáz Al_5FeSi na kompaktnějšíe fázy $\text{Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$ v tvare Čínskeho písma alebo kostrovitých útvarov, prispieva k zlepšeniu koróznej a únavovej odolnosti.

Počítačová tomografia preukázala priamu koreláciu medzi 3D parametrami liacich defektov získaných prostredníctvom CT skenovania a únavovou životnosťou, a poskytla tak cenné údaje pre hodnotenie liacich defektov z hľadiska ich správania sa pri únavovom namáhaní. Do budúcnosti by však bolo vhodné rozšírenie tohto výskumu aj na tepelne spracované zliatiny AlSi7Mg0,3 . Pre potreby praxe je potrebné odsledovať prídavok mangánu a tepelného spracovania a porovnanie s výsledkami dizertačnej práce na liatych stavoch, aby mohol byť detailnejšie popísaný vplyv zvýšeného obsahu železa na úžitkové vlastnosti odliatkov a jeho prípadnej korekcie prídavkom mangánu.

Výsledky dizertačnej práce podporujú praktické využitie recyklovaných AlSi7Mg0,3 zliatin na odliatky s vyšším obsahom železa, za predpokladu kontrolovaného prídavku mangánu. Tento prístup je výhodný aj pre zlievarne, pričom zdôrazňuje potrebu riadenia pomeru Mn/Fe ako účinnej stratégie na zmiernenie negatívnych účinkov železitých intermetalických fáz, a tým aj vyššieho obsahu železa, bez potreby použitia nákladného primárneho hliníka.

Bolo preukázané, že aj pri zvýšenom obsahu železa si AlSi7Mg0,3 zliatiny na odliatky dokážu zachovať uspokojivú únavovú životnosť aj po vystavení koróznemu prostrediu, ak je morfológia ich liacich defektov vhodne riadená, čím sa zabezpečí ich spoľahlivosť v automobilových aplikáciách.

Zároveň sa preukázala aj účinnosť počítačovej tomografie ako nástroja nedeštruktívnej identifikácie kritických liacich defektov z hľadiska únavovej životnosti čo podporuje jej širšie priemyselné využitie pri kontrole komponentov citlivých na liace defekty.

7 Záver

Predložená dizertačná práca bola vypracovaná ako súčasť projektu **VEGA č. 1/0461/24 s názvom „Štúdium novej generácie sekundárnych (recyklovaných) hliníkových zliatin“**. Cieľom dizertačnej práce bolo rozšíriť doterajšie poznatky o sekundárnej zliatine AlSi7Mg0,3 , a to s dôrazom na hodnotenie vplyvu zvýšeného obsahu železa a prídavku mangánu na mikroštruktúru, mechanické vlastnosti, koróziu a únavovú odolnosť, ako aj ich potenciálne využitie v automobilovom a elektro automobilovom priemysle.

Z experimentálnych skúšok možno vyvodiť nasledovné závery:

- **Vplyv železa a mangánu na mikroštruktúru:**

- Experimentálne zliatiny AlSi7Mg0,3 zodpovedajú podeutektickým zliatinám Al-Si. Ich mikroštruktúra, bez ohľadu na obsah Fe a prídavok Mn, pozostáva z α -Al matrice, eutektika a rôznych intermetalických fáz, vrátane Mg_2Si , doskovitých β - Al_5FeSi a fázy α - $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ s morfológiou čínskeho písma alebo kostier.
- Zvýšený obsah Fe podporil tvorbu krehkých doskovitých fáz β - Al_5FeSi , ktoré majú negatívny vplyv na mechanické vlastnosti.
- Prídavok Mn podporil zmenu morfológie týchto fáz na menej škodlivú formu α - $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$, najmä ak bol pomer Mn/Fe blízky odporúčanej hodnote 0,5.
- REM a analýza po hlbokom leptaní potvrdili túto zmenu.
- Vyšší obsah Fe zvýšil početnosť, veľkosť a plošný podiel liacich defektov v tavných bez Mn; najčastejšie sa vyskytovali stiahnutiny.
- Prídavok Mn viedol k výraznému zníženiu veľkosti, počtu a plošného podielu pórovitosti, ak bol dodržaný odporúčaný pomer Mn/Fe (tavné C^{Mn} a D^{Mn}).
- Plošný podiel liacich defektov sa znížil o 64–72 % v Tavných C a D po pridaní Mn.
- CT analýza podporila výsledky kvantitatívnej analýzy – prídavok Mn zlepšil distribúciu pórovitosti a znížil priemer pórov, najmä v tavných C^{Mn} a D^{Mn} . Veľké póry však pretrvávali v dôsledku vysokého obsahu Fe.
- Priemerná veľkosť pórov v Tavné C^{Mn} bola 0,254 mm, čo je o 52 % menej ako v Tavné C (0,529 mm), a celkový objem pórovitosti sa znížil o 19 %.
- Tavná B^{Mn} nevykazovala zlepšenie, čo pravdepodobne súvisí s nedostatočným pomerom Mn/Fe.

- **Vplyv železa a mangánu na mechanické a únavové vlastnosti:**

- Tvrdosť podľa Brinella stúpala so zvyšujúcim sa obsahom Fe: Tavná A – 50,35 HBW, Tavná D – 66,12 HBW.
- Prídavok Mn nemal významný vplyv na tvrdosť. Tavná C^{Mn} vykázala len mierne zvýšenie oproti Tavné C (65,4 vs. 63,46 HBW).
- Výsledky merania mikrotvrdosti zdôraznili rôznorodosť intermetalických fáz a potrebu samostatného vyhodnocovania ich tvrdosti s ohľadom na zložitý tvar.
- Mikrotvrdosť fáz β - Al_5FeSi bola až 1100 HV, fázy α - $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ až 1214 HV; matrica zostávala na úrovni približne 61 HV.
- Zliatiny boli ďalej testované skúškou na únavu ohybom za rotácie – v stave „as-cast“ a po 21-dňovej expozícii v roztoku 3,5 % NaCl.
- Zliatiny s nižším obsahom Fe vykazovali vyššiu únavovú odolnosť. Najlepšie výsledky mala Tavná A s obsahom Fe na úrovni primárnej zliatiny.

- Únavová životnosť sa zlepšila po pridaní Mn - najmä v Tavbe C^{Mn}, vďaka zmene morfológie Fe-fáz a zníženej pórovitosti. Tavba B^{Mn} preukázala zhoršenie, čo pravdepodobne súvisí s nízkym pomerom Mn/Fe (0,25).
- Po expozícii v koróznom prostredí došlo k poklesu únavovej životnosti vo všetkých experimentálnych tavnách, okrem Tavby D, kde korózia nemala ďalší negatívny efekt.
- Fraktografická analýza (REM) ukázala, že na lomovej ploche môžeme pozorovať transkrýštalický únavový lom matrice a medzifázové porušenie Fe-intermetalických fáz.
- Iniciácia trhlín súvisela s liacimi defektmi, predovšetkým na povrchu alebo v jeho tesnej blízkosti.
- Po korózii neboli pozorované významné zmeny v mikromechanizmoch porušenia, okrem mierneho povrchového korózneho napadnutia vzoriek.
- **Vplyv železa a mangánu na koróznú odolnosť:**
 - Výsledky AUDI testu potvrdili, že korózna odolnosť klesá so zvyšujúcim sa obsahom Fe. Tavba D vykazovala najvyšší úbytok hmotnosti - 0,3610 g.
 - Prídavok Mn zlepšil koróznú odolnosť: Tavba C^{Mn} zaznamenala zníženie hmotnostného úbytku o 46,8 % oproti Tavbe C, B^{Mn} o 41,0 % oproti B a DMn o 54,0 % oproti D.
 - Tavby s Mn, najmä tavby C^{Mn} a D^{Mn}, vykazovali pri makroskopickom pozorovaní menej rozsiahle korózne napadnutie.
 - Ponorová skúška v 3,5 % NaCl ukázala podobné výsledky ako AUDI test: korózna odolnosť klesala s obsahom Fe, prídavok Mn ju zlepšoval.
 - Úbytok hmotnosti klesol o 25 % v Tavbe B^{Mn} oproti Tavbe B a o viac ako 53 % v Tavbe C^{Mn} oproti C. V Tavbe D^{Mn} však úbytok mierne vzrástol (z 0,0039 g na 0,0042 g), pravdepodobne v dôsledku koróznych produktov v póroch.
 - Korózia postupovala pozdĺž eutektických oblastí, pričom ovplyvnila len α -fázu, zatiaľ čo eutektický kremík a fázy Al₅FeSi ostali neporušené.
 - Potenciodynamické polarizačné skúšky v 3,5 % NaCl poskytli ďalší pohľad na koróznú odolnosť experimentálnych taviieb. Výsledky ukázali, že so zvyšujúcim sa obsahom Fe korózna odolnosť klesá.
 - Tavba A mala najušľachtilejší korózný potenciál ($E_{\text{corr}} = -0,734$ V) a najnižšiu hustotu prúdu ($i_{\text{corr}} = 10,707 \mu\text{A}/\text{cm}^2$).
 - Tavby s prídavkom Mn vo všeobecnosti vykazovali nižšiu koróznú rýchlosť ako tavby bez neho.
 - Výsledky testov potvrdzujú, že pomer Mn/Fe je kľúčovým faktorom pri zmiernení negatívnych účinkov vysokého obsahu Fe v zliatinách AlSi7Mg0,3.

8 Résumé

This dissertation investigates the effect of increased iron content on the corrosion and fatigue resistance of secondary AlSi7Mg0.3 aluminium alloys. The work is motivated by the growing demand for more sustainable and cost-effective materials in the automotive industry, particularly for structural applications. Secondary aluminium alloys offer environmental and economic advantages due to their recyclability. However, they often contain elevated levels of iron, which promotes the formation of brittle, platelet-like β -Al₅FeSi intermetallic phases and casting defects, particularly shrinkage porosity. These microstructural features are known to reduce mechanical and corrosion performance.

To evaluate whether alloys with higher Fe content can still meet the functional requirements for use in automotive applications, seven experimental alloys were prepared with Fe content ranging from 0.080 to 1.300 wt.%. Three of these alloys were additionally modified with manganese (Mn) to promote the morphological transformation of harmful Fe-rich phases into more compact α -Al(Fe,Mn)Si structures and to reduce the shrinkage porosity.

A comprehensive experimental programme was carried out. Microstructural characterisation was performed using optical microscopy, SEM/EDX, and deep etching analysis. Hardness was assessed via the Brinell hardness testing and Vickers microhardness testing. The corrosion behaviour was evaluated using three methods: the AUDI test, a 21-day immersion test in 3.5% NaCl solution, and potentiodynamic polarisation testing. Fatigue performance was evaluated using rotating bending fatigue tests, both in the as-cast state and after exposure in a corrosion environment. X-ray computed tomography (CT) scanning was used to visualise and quantify internal casting defects prior to mechanical testing.

The results confirmed that increasing Fe content promotes the formation of brittle Fe-rich intermetallic phases and leads to an increase in porosity volume, average pore diameter, and the size of critical casting defects, all of which negatively impact fatigue life. Manganese addition improved the morphology of intermetallic phases and defect morphology as well as distribution, although its effectiveness was strongly dependent on the Mn/Fe ratio. The optimum Mn/Fe ratio was found to be approximately 0.5, which allowed for better phase modification, reduced porosity and higher hardness.

Microhardness testing revealed distinct hardness differences among the matrix, eutectic silicon, Mg₂Si, and Fe-rich and Mn-rich phases, confirming the structural role and brittleness of Fe-rich intermetallics. Computed tomography showed a clear correlation between porosity parameters (pore distribution and size) and fatigue performance, with larger or irregularly shaped surface-connected pores acting as initiation sites for fatigue cracks. Corrosion resistance also decreased with increasing Fe content, while Mn addition helped mitigate these effects in selected alloys.

In conclusion, this work demonstrates that with proper Mn modification and control of solidification conditions, secondary aluminium alloys with moderately elevated iron content can still exhibit acceptable mechanical and corrosion performance. These findings contribute to a better understanding of structure–property relationships in recycled Al-Si-Mg alloys and support the development of guidelines for their use in critical structural components.

9 Zoznam použitej literatúry

- [1] Šurdová, Z., Tillová, E., Kuchariková, L., Mikolajčík, M. (2023). *Study of corrosion resistance of secondary AlSi7Mg0.3 alloy in 3.5% NaCl solution*. 39th Danubia-Adria Symposium on Advances in Experimental Mechanics. pp. 108.109. ISBN 978-963-421-927-9.
- [2] Reddy, M. S a Neeraja, D. (2018). *Aluminum residue waste for possible utilisation as material: a review*. Sāadhanā, 43(8), pp.1–8, ISSN 0973-7677, doi: <https://doi.org/10.1007/s12046-018-0866-2>.
- [3] Vargel, C. (2020). *Corrosion of Aluminium*. Elsevier. p. 858. ISBN 978-0-08-099925-8.
- [4] Raabe, D., Ponge, D., Uggowitzer, P. J., Roscher, M. (2022). *Making sustainable aluminum by recycling scrap: The science of “dirty” alloys*. Progress in Materials Science 128, ISSN 1873-2208, doi: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2022.100947>.
- [5] Burleigh, T. D. (2003). *Corrosion of Aluminum and Its Alloys*. Handbook of Aluminum. pp.421–463, ISBN 978-0-42-922325-9.
- [6] Belov, N. A., Aksenov, A. A., Eskin, D. G. (2002). *Iron in Aluminium in Alloys*. CRC Press: London. p. 360, ISBN 978-0-42-918990-6.
- [7] Samuel, A. M., Samuel, E., Songmene, V., Samuel, F. H. (2023). *A Review on Porosity Formation in Aluminum-Based Alloys*. Materials 16(5). pp. 1-26, ISSN 1996-1944, doi: <https://doi.org/10.3390/ma16052047>.
- [8] Fan, P., Cockcroft, S. L., Maijer, D. M., Yao, L., Reilly, C., Phillion, A. B. (2019). *Porosity Prediction in A356 Wheel Casting*. Metallurgical and Materials Transactions B 50. pp. 2421-2435, ISSN 1073-5615, doi: <https://doi.org/10.1007/s11663-019-01642-9>.

10 Zoznam publikovaných prác

ADC – Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch

ŠURDOVÁ, Z., KUCHARIKOVÁ, L., TILLOVÁ, E., PASTIEROVIČOVÁ, L., CHALUPOVÁ, M., UHRÍČIK, M., MIKOLAJČÍK, M.: „The influence of Fe content on corrosion resistance of secondary AlSi7Mg0.3 cast alloy with increased Fe-content“. Manufacturing Technology, Ústí nad Labem: Univerzita Jana Evangelisty Purkyně v Ústí nad Labem. 22(5) (2022). ISSN 1213-2489.

MIKOLAJČÍK, M., KUCHARIKOVÁ, L., TILLOVÁ, E., SANCHEZ, J.M., **ŠURDOVÁ, Z.**, CHALUPOVÁ, M.: „Influence of copper addition on the mechanical properties and corrosion resistance of self-hardening secondary aluminium alloy AlZn10Si8Mg“. Metals, Bazilej: Multidisciplinary Digital Publishing Institute. 14(7) (2024). ISSN 2075-4701.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., PASTIEROVIČOVÁ, L., CHALUPOVÁ, M., UHRÍČIK, M., **ŠURDOVÁ, Z.** (2022): „Effect of higher iron content and manganese addition on the corrosion resistance of AlSi7Mg0.6 secondary alloy“. Manufacturing Technology, Ústí nad Labem: Univerzita Jana Evangelisty Purkyně v Ústí nad Labem. (22(4) (2022). ISSN 1213-2489.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., **ŠURDOVÁ, Z.**: „Effect of Fe and Mn on corrosion resistance of recycled self-hardening AlZn10Si8Mg alloy“. Production Engineering Archives, Varšava: De Gruyter. 31(1) (2025), s. 54-64. ISSN 2353-5156.

ADE – Vedecké práce v zahraničných nekarentovaných časopisoch indexovaných vo WoS a SCOPUS

ŠURDOVÁ, Z., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., CHALUPOVÁ, M., MIKOLAJČÍK, M.: „The influence of Mn addition on corrosion resistance of secondary AlSi7Mg0.3 alloys with higher Fe content“. TRANSCOM 2023: 15th International scientific conference of young scientists on sustainable, modern and safe transport, Amsterdam: Elsevier – Transportation Research Procedia. (2023). ISSN 2352-1457.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., CHALUPOVÁ, M., KUCHARIKOVÁ, L., **ŠURDOVÁ, Z.**: „Effect of increasing Fe content on the fatigue resistance of secondary aluminium alloy AlSi7Mg0.6“. TRANSCOM 2023: 15th International scientific conference of young scientists on sustainable, modern and safe transport, Amsterdam: Elsevier – Transportation Research Procedia. (2023). ISSN 2352-1457.

ŠURDOVÁ, Z., KUCHARIKOVÁ, L., TILLOVÁ, E., CHALUPOVÁ, M.: „The Influence of Mn Addition on Corrosion Resistance in Secondary Aluminium Alloy AlSi7Mg0.3 after the Heat Treatment“. Quality production improvement and system safety: QPI 16 – CZOTO 10, Millersville: Materials Research Forum. (2023). ISSN 2474-3941.

ŠURDOVÁ, Z., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., MIKOLAJČÍK, M.: „The study of porosity in A356 secondary aluminium alloys with higher iron content“. System Safety: Human – Technical Facility - Environment, Varšava: De Gruyter Poland. 6(1) (2024), s. 430-438. ISSN 2657-5450.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., SANCHEZ, J.M., **ŠURDOVÁ, Z.**: „Improving the Properties of Recycled Self-Hardening Aluminium Alloy for Application in Electric Vehicles“. System Safety: Human – Technical Facility - Environment, Varšava: De Gruyter Poland. 7(1) (2025), s. 1-9. ISSN 2657-5450.

Publikované príspevky na zahraničných a domácich vedeckých konferenciách

ŠURDOVÁ, Z., KUCHARIKOVÁ, L., TILLOVÁ, E., PASTIEROVIČOVÁ, L., CHALUPOVÁ, M., UHRÍČIK, M., MIKOLAJČÍK, M.: „Vplyv zvýšeného obsahu železa na koróznú odolnosť sekundárnej Al-zliatiny na odliatky AlSi7Mg0,3“. SEMDOK 2023, Žilina: Žilinská univerzita v Žiline. (2023). ISBN 978-80-554-1947-3.

MIKOLAJČÍK, M., KUCHARIKOVÁ, L., TILLOVÁ, E., PASTIEROVIČOVÁ, L., CHALUPOVÁ, M., UHRÍČIK, M., **ŠURDOVÁ, Z.**: „Vplyv vyššieho obsahu železa a prídavku mangánu na koróznú odolnosť sekundárnej hliníkovej zliatiny AlSi7Mg0,6“. SEMDOK 2023 – 26th International Seminar of Ph.D. Students, Žilina: Žilinská univerzita v Žiline. (2023). ISBN 978-80-554-1947-3.

ŠURDOVÁ, Z., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., MIKOLAJČÍK, M. (2023). „Study of corrosion resistance of secondary AlSi7Mg0.3 alloy in 3.5% NaCl solution“. 39th Danubia-Adria Symposium on Advances in Experimental Mechanics, s. 108-109. ISBN 978-963-421-927-9.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., **ŠURDOVÁ, Z.** (2023). „Effect of shot-peening on the corrosion resistance of self-aging secondary AlZn10Si8Mg aluminium alloy with increased iron content“. 39th Danubia-Adria Symposium on Advances in Experimental Mechanics, s. 58-59. ISBN 978-963-421-927-9.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., **ŠURDOVÁ, Z.**, KUCHARIKOVÁ, L.: „Vplyv železa a mangánu na koróznú odolnosť recyklovanej samovytvrditeľnej zliatiny AlZn10Si8Mg“. SEMDOK 2024 – 27th International Seminar of Ph.D. Students, Žilina: Žilinská univerzita v Žiline. (2024). ISBN 978-80-554-2076-9.

ŠURDOVÁ, Z., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., MIKOLAJČÍK, M.: „Štúdium vplyvu pórovitosti v sekundárnych zliatinách s vyšším obsahom železa pre automobilový priemysel“. SEMDOK 2025 – 28th International Seminar of Ph.D. Students, Žilina: Žilinská univerzita v Žiline. (2025). ISBN 978-80-554-2169-8.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., **ŠURDOVÁ, Z.**: „Sedimentačná metóda znižovania obsahu železa za účelom zlepšenia vlastností recyklovaných hliníkových zliatin“. SEMDOK 2025 – 28th International Seminar of Ph.D. Students, Žilina: Žilinská univerzita v Žiline. (2025). ISBN 978-80-554-2169-8.

ŠURDOVÁ, Z., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., MIKOLAJČÍK, M.: „Sustainable Aluminium Casting – Investigating A356 Alloy with High Iron Content and Manganese Addition“. 40th International Colloquium - Advanced Manufacturing and Repair Technologies in Vehicle Industry.: Žilinská univerzita v Žiline. (2025). ISBN 978-80-554-2200-8.

MIKOLAJČÍK, M., TILLOVÁ, E., KUCHARIKOVÁ, L., **ŠURDOVÁ, Z.**: „Microstructure and hardness evolution in various secondary AlZn10Si8Mg alloy melts with high iron content“. 40th International Colloquium - Advanced Manufacturing and Repair Technologies in Vehicle Industry.: Žilinská univerzita v Žiline. (2025). ISBN 978-80-554-2200-8.