

## Rendgenska difrakciona analiza hladno valjanog lima od juvelirske legure zlata 585

ZORAN M. KARASTOJKOVI, Visoka tehni ka škola strukovnih studija, Beograd  
 RADIŠA S. PERI, „PERI & PERI & Co”, Požarevac  
 ZORAN V. JANJUŠEVI, Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, Beograd  
 JOVICA N. STOJANOVI, Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, Beograd

*Originalni nau ni rad*  
 UDC: 621.983:669.215  
 DOI: 10.5937/tehnika1701053K

*Ispitivana legura zlata oznake 585, posmatrana u ovom radu je naj eš e koriš ena legura u juvelirskoj proizvodnji. Nedovoljno podataka, ak i danas, postoji oko proizvodnih postupaka legura zlata, ukljujuju i režime topljenja, valjanja i termi ke obrade. Strukture kompleksnih legura, kao što je ovde koriš ena legura, su manje poznate ili izu avane. Principijelno, dijagram stanja sistema Au-Ag-Cu je poznat, kao (meta)stabilni dijagram. Ali posle relativno brzog hla enja rastopa za vreme livenja obrazuju se polikristalna zrna, koja nisu nastala u ravnotežnim uslovima. Takav polikristalni materijal esto se podvrgava valjanju radi dobijanja željenog oblika (polu)proizvoda. Ovi procesi, livenja i valjanja, pokazuju uticaj na kona nu strukturu, tako e i na osobine ovako tretirane legure. Strukturne promene kao i dobijene faze u procesima obrade legure zlata 585 još uvek nisu adekvatno ispitane. U ovom radu prikazani su neki rezultati izvršenih rendgenografskih ispitivanja nakon hladnog valjanja trake. Ispitivanja su izvršena na odlivcima dimenzija 4,5x50x50mm, koji su podvrgavani plasti noj preradi-hladno valjanje do debljine trake od 1,5 mm, me ufazno odžareni i završno izvaljani do debljine od 0,5mm, uz visinsku redukciju od 66,7%.*

**Ključne reči:** legura zlata 585, hladno valjana traka, rendgenska difrakciona analiza

### 1. UVOD

Tehnologije obrade deformisanjem, kao ovde hladno valjanje, prili no su zastupljene u proizvodnji elemenata zlatnog nakita. Valjanje tankih limova i traka preovla uje u juvelirskoj proizvodnji [1, 2], ali ne i u proizvodnji valjane žice, kao što je slu aj u masovnoj proizvodnji elika, bakra i aluminijuma. Zbog prirode juvelirskih proizvoda, kona ne debljine limova od legura zlata, ukljujuju i i predmetnu leguru 585 (min. 58,5% Au), esto su manje od 1 mm. Ovakvi limovi se dalje nekim od postupaka plasti nog deformisanja moraju oblikovati do željenog proizvoda, nakita.

U postupcima prerade i/ili oblikovanja legura zlata mogu a je pojava izvesnih strukturnih promena, koje kasnije mogu da dovedu ak do loma proizvoda, što je

uvek neželjena pojava naravno i u legurama zlata [2-4]. Jedan od estih i pouzdanih pristupa u izu avanju strukturnih promena u materijalu predstavlja rendgensko ispitivanje, ta nije primena rendgenske difrakcione analize.

U literaturi postoje brojni podaci o pojedinim ravnotežnim fazama iz sistema Au-Ag-Cu, koje su dobijene posle zaista detaljne pripreme, npr. žarenja na povišenoj temperaturi (od 300 °C ili sli no) u trajanju od preko 20 dana [5, 6]. Ali, ovakav režim rada i ispitivanja je neprimeren bilo kakvoj proizvodnji, pa bila to i poluindustrijska proizvodnja legura zlata, kao u ovom sluaju. Može se slobodno re i da zbog "tajnovitosti zanata" mnogi podaci o karakteristikama legura zlata u razli itim fazama nisu objavljeni, time nisu poznati. Juvelirske legure zlata obi no nisu bile predmet detaljnijih ispitivanja.

Mnogi od davnina i dan-danas pristupaju obradi legura zlata po principu "crne kutije", a to se svodi na slabo poznavanje nastalih procesa i fenomena u materijalu, pogotovu kada su u pitanju fazne transformacije u vrstom stanju [7-9]. Za ovakve promene

Adresa autora: Zoran Karastojkovi, Visoka tehni ka škola strukovnih studija, Beograd, Bulevar Zorana in i a 152 a, zoran.karastojkovic@gmail.com

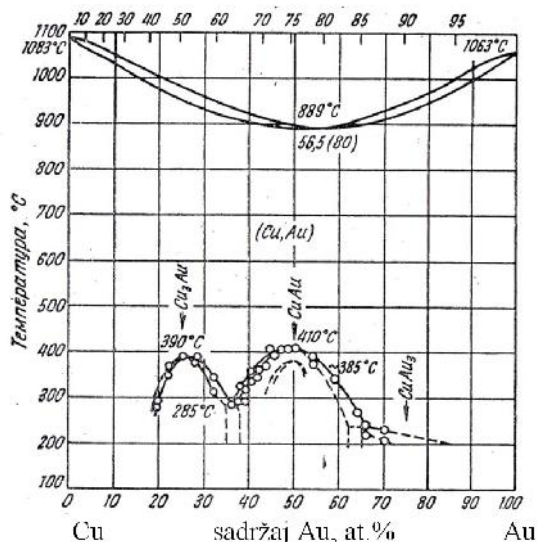
Rad primljen: 03.02.2017.

Rad prihva en: 09.02.2017.

u vrstom stanju, ipak, merodavna su metalografska, kao i rentgenska difrakciona ispitivanja [9, 10].

## 2. O EKIVANA STRUKTURA U RAVNOTEŽNIM USLOVIMA

Struktura obra ivanog materijala uvek je zavisna od uslova (parametara) prerade i/ili obrade. Izu avanje trokomponentnog dijagrama stanja sistema Au-Ag-Cu se zasniva na binarnom dijagramu Au-Cu, sl. 1.



Slika 1 - Dijagram stanja binarne legure Au-Cu sa spinodalnom reakcijom razlaganja [2]

Iz dijagrama se može videti položaj koriš ene legure sa 58,5% Au. Sa istog dijagrama Au-Cu još se može videti da se ispod krive likvidusa javlja homogeni vrsti rastvor ( ), koji se nakon hla enja razlaže po mehanizmu spinodalnog razlaganja u vrstom stanju[4].

Mehanizmi spinodalnog razlaganja se potpunije tuma e u odgovaraju oj stru noj literaturi [8-10]. Ispitivano leguru zlata 585, saglasno ravnotežnom dijagramu stanja, karakterišu dva osnovna stanja kristalne strukture [4, 7]: haoti ni raspored, koji se pripisuje homogenom alfa- vrstom rastvoru, i sre enom rasporedu, u kojem u estvuju dve faze (AuCuI i AuCuII), saglasno dijagramu stanja, sl. 1.

Dijagram stanja sa ove slike se, naravno, odnosi na ravnotežne uslove. Ina e, u proizvodnim metalurškim uslovima prerade ili obrade vrlo esto se ne ostvaruju ravnotežni uslovi, ali to naravno ne umanjuje zna aj koriš enja dijagrama stanja. Prakti ni procesi u izradi nakita zahtevaju prvo livenje, zatim plasti no deformisanje, nekada lemljenje ili varenje i još termi ku obradu.

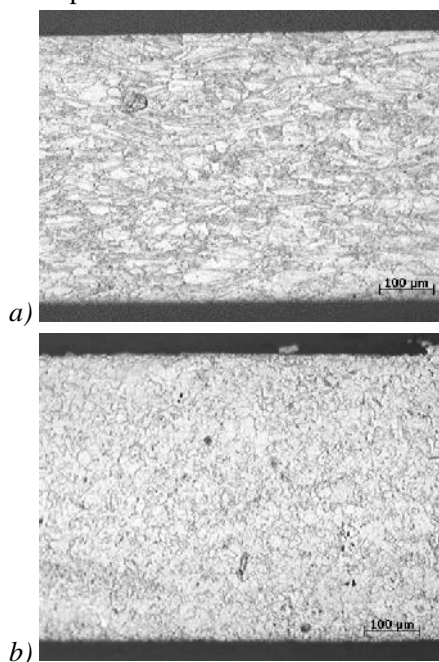
U svim pomenutim postupcima dolazi do izražene pojave uticaja promene strukture, odnosno javljaju se strukture i njihov raspored kakav se ne može o ekivati u praškastim i/ili dugotrajno žarenim uzorcima [5, 6].

## 3. PRIPREMA UZORKA

Ispitivanja prikazana u ovom radu vršena su na uzorcima legure zlata 585 (58,5% Au, 8,3 Ag, 25,7% Cu i 7,5% Zn) koji su topljeni i odlivani u kokili dimenzija 4,5x50x50 mm i hladno valjani do 1,5 mm; potom me ufazno (rekristalizaciono) žareni na 680°C, 30 min, i završno izvaljani do 0,5 mm. Ukupna redukcija primenjenog hladnog valjanja je iznosila 66,7%.

## 4. METALOGRAFSKA ISPITIVANJA

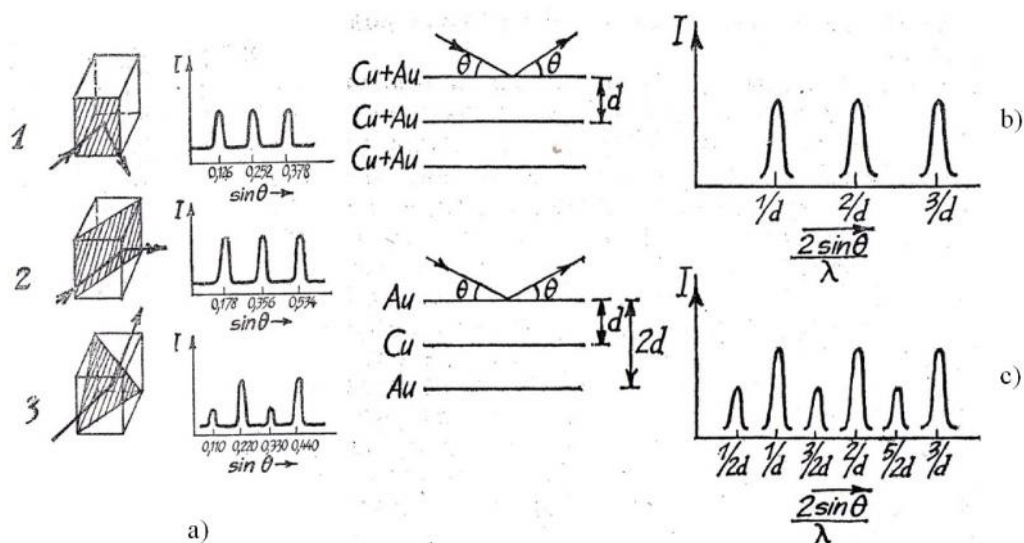
Metalografska ispitivanja legura zlata su, delom usled visoke cene zlata a delom i zbog "tajnovitosti zanata", prili no malo izvo ena. Na slici 2. je pokazana struktura legure zlata 585 dobijena koriš enjem svetlosnog mikroskopa. Zbog plemenitog karaktera ispitivane legure, a u cilju izazivanja mikrostrukture, bilo je neophodno primeniti nagrizanje u vrelom rastvoru [11], iako je ra eno sa reaktivnim supstancama iz grupe cijanida i persulfata.



Slika 2 - Mikrostruktura hladno valjane legure zlata 585 u: a) podužnom i b) poprečnom pravcu; svetlosni mikroskop, nagriženo u vodenom rastvoru 5%KCN + 5% (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

## 5. RENDGENSKA ISPITIVANJA

Sre ena ili nesre ena kristalna rešetka neosporno ima uticaj na vrstu i intenzitet refleksija, koje e se javiti prilikom rendgenskog ispitivanja. Intenziteti i karakteri rasporeda difraktovanih X-zraka u dijagramu I-sin (ili I-2sin ) bitno zavise od vrste kristalne rešetke [4, 12]. Na sl. 3a) su prikazane refleksije od tri familije kristalografskih ravni: 1-{100}; 2-{110} i 3-{111} u jednom visokoure enom sistemu, kakav je teseralni sistem.

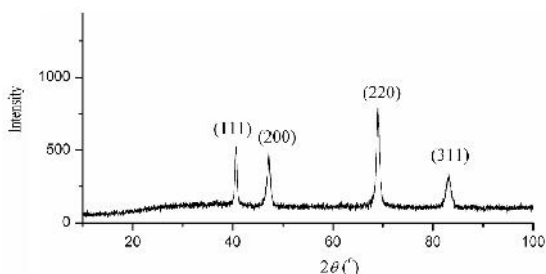


Slika 3 - Idealne difrakcije i intenziteti rentgenskih zraka od: a) kristalografskih ravni površinski centrirane kubne rešetke; b) nesre enog i c) sre enog vrstog rastvora [4, 12]

Sve izneto e imati uticaja na intenzitet i redosled difraktovanih rentgenskih zraka, tako da e se za ova dva vrsta rastvora (nesre eni i sre eni) pojaviti refleksije razli itih intenziteta, kako je predstavljeno slikama 3b) i c).

Konceptija difrakcije sa slike 3. je zasnovana na izu avanju praškastih uzoraka, koji se za te namene posebno pripremaju (to podrazumeva dugotrajna zagrevanja na niskim ili blago povišenim temperaturama, naravno ne višim od oko 350°C - kada su legure juvelirske zlata u pitanju). Me utim, realni uslovi proizvodnje primenjene legure su daleko od ravnotežnih, bilo u procesu livenja ili u nekim drugim postupcima obrade i prerade [13-15].

Prakti na iskustva u svemu tome su, naravno, nezamenjiva. Režimi livenja, plasti ne prerade (ovde hladnog valjanja) i termi ke obrade mogu bitno da uti u redosled i intenzitet refleksija na difraktogramu [10, 12].



Slika 4 - Difraktogram hladno valjane (66,7%) trake legure zlata 585 sa oznanim kristalnim ravnima {hkl} po redosledu pojavljivanja na ispitivanim trakama legure

Na slici 4. je prikazan difraktogram dobijen u realnim proizvodnim ulovima, tj. na hladno valjanom uzorku lima, primenom 66,7% visinske redukcije.

Na osnovu analize dobijenog difraktograma, može se re i da se radi o fazi legure tipa Au-Cu, koja kristališe u teseralnom kristalografskom sistemu (kubna površinski centrirana rešetka) u prostornoj grupi  $Fm\bar{3}m$  (225).

Odnos zlata i legiraju ih elemenata (Me) je približno 50:50 %, dakle  $Au_{0,5}Me_{0,5}$ ; a parametar jedini ne elije u ovom slu aju utvrđen iznosi oko 3,87 Å. Pažljivim analiziranjem dobijenog difraktograma sa hladnovaljane trake od legure zlata 585 nisu registrovani dvojnici.

## 6. DISKUSIJA

Intenzitet difrakcije zraka sa površine nesre enog vrstog rastvora, u kojem postoji statisti ki posmatrano isti raspored atoma zlata i bakra, bi e ujedna en za svaku kristalnu ravan, kako je to nazna eno na sl. 3b). Ali, intenziteti difrakcije zraka sa površine sre enog vrstog rastvora, obzirom na naizmeni ni raspored kristalnih ravni atoma zlata i bakra, bi e razli iti za kristalne ravni zlata, odnosno bakra, i to je vidljivo sa sl. 3c). Difrakciona mo atoma zlata je ve a od difrakcione mo i atoma bakra [4, 7], i to je pravo objašnjenje pojave razli itih intenziteta sa susednih kristalografskih ravni, ista slika -3c). Kod nesre enog vrstog rastvora, slika 3b), kada postoji statisti ki posmatrano isti raspored atoma zlata i srebra, me uravansko rastojanje e biti  $d$ . Kod sre enog vrstog rastvora, slika 3b), kada postoji naizmeni ni raspored atoma zlata i srebra, me uravansko rastojanje jedne iste ravni, koja se ponavlja, mora biti ve e, u ovom slu aju e biti  $2d$ , kako je prikazano slici 3c). Vrednost koli nika  $(2\sin \theta) / \lambda$ , na apscisama sa sl. 3b) i c), za razli ite vrednosti ugla e imati razli ite ali periodi ne vrednosti  $n/d$ , ta nije:  $1/d$ ;  $2/d$ ;  $3/d$  i td.

Pojavljivanje različitih refleksija u uzorcima u odnosu na referentni aurikuprid su sasvim ekvivalentna, imaju i u vidu prvo sastava a potom i na in izrade uzoraka lima [8, 9], ovde je to primenjeni stepen deformacije.

Referentni rezultati, kao malobrojni u raspoloživoj literaturi, odnose se na prirodni mineral određene geografskog porekla sa sadržajem zlata u rasponu od 57,6-63,6%

Refleksije kristalografskih ravni kod ovog uzorka se razlikuju od referentnog uzorka, aurikuprida, dobijenog sinterovanjem [4, 6]. Prva refleksija potiče od sistema kristalnih ravni {111}, a onda slede refleksije od familije ravni {200}, {220}, {311} i td. Ovakav redosled pojavljivanja refleksija određuje pripadnost ispitivanog materijala, ovde je to teseralni sistem sa površinski centriranom rešetkom [7, 12]. Najveći intenzitet refleksija u ispitivanom hladno valjanom limu je registrovan sa familije kristalografskih ravni (220), slici 4.

## 7. ZAKLJUČAK

Na osnovu rendgenskog ispitivanja hladno valjane trake, stepenom deformacije (66,7%) do konačne debljine od 0,5mm od legure zlata 585 (min. 58,5% Au) mogu se izvesti sledeći zaključci:

- Redosled refleksija u ispitivanoj i tretiranoj leguri 585 odgovara površinski centriranoj kubnoj rešetki.
- Detektovane refleksije ne odražavaju pojavu srećnih faza, koje se javljaju u drugim kristalografskim sistemima.
- U ispitivanom uzorku dominantna refleksija je bila sa ravnima (220).

S obzirom da je ispitivani uzorak hladno izvaljan sa velikim stepenom hladne deformacije, ovde 66,7%, na difraktogramu nisu uočene refleksije koje bi odgovarale dvojnicima.

## LITERATURA

- [1] . . . : 1995, . . . , .33-48.
- [2] . . . , . . . : 1979, . . . , . 212-221.
- [3] . . . , . . . , . . . : 2005, . . . , . 11-68.

- [4] . . . : 1989, . . . , . 73-78, 170-191.
- [5] S.V. Staranchenko, N.R. Sizonenko, et al.: Powder Metall. and metal Ceramics, 36/1997/3-4, pp. 147-150.
- [6] Xie You-qing, Li Yan-fen, et all.: Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 21/2011/pp. 1092-1104.
- [7] R. J. Weiss: Solid State Physics for Metallurgists, Pergamon, Oxford 1963, pp.119-136.
- [8] V. Sedla ek: Non-ferrous Metals and Alloys, Amsterdam 1986, Elsevier, pp. 34-35, 306-324.
- [9] Yu. Lakhtin: Engineering physical metallurgy and heat-treatment, Moscow 1979, Mir Publishers, pp. 98-136.
- [10] R. Reed-Hill: Physical Metallurgy Principles, New York 1973, D. van Nostrand Co, pp.568-607.
- [11] Jakovljević, Z. Karastojkovi, R. Peri, Z. Janjušević: Poteško e pri prepoliranju i ponovnom nagrizanju komercijalnih legura zlata za optiku mikroskopiju, in Serbian, VII Savetovanje metalurga Srbije, Beograd 2008, Zbornik izvoda, pp. 76.
- [12] . . . : . . . . 2013.
- [13] Z. Karastojkovi, R. Peri, M. Srećković, Z. Janjušević, S. Jakovljević, Z. Kovačević: Metallurgy of gas and laser welding of thin parts made from 585 gold alloy, 10<sup>th</sup> National Conference of Metallurgy with International Participation, Varna – Bulgaria 2007, A 27.S.
- [14] Z. Karastojkovi, R. Peri, Z. Kovačević, Z. Janjušević, I. Peri, M. Srećković: Changing in gold jewel alloy quality during gas and laser welding, 5 Int. Quality conf, Kragujevac 2011, Proceed. book, pp. 325-350.
- [15] Z. Kovačević, Z. Karastojkovi, R. Peri: How to avoid chemical aggressive substances in waste waters from gold jewel production, 11. Inter. Multidisciplinary scientific geoconference SGEM 2011, Varna-Bulgaria 2011, Proceed. Book, pp. 405-410.

## SUMMARY

### X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS OF COLD ROLLED STRIP FROM JEWELRY 585 GOLD ALLOY

*Here is investigated an golden alloy 585 as one of widely used gold alloy in jewelry production. Insufficient data, even in nowadays, exist about the production schedule of gold alloys, including melting, rolling and heat treatment regimes. The structures of complex alloys, such as used golden alloy, are less known and/or investigated. Principally, the constitutional diagram of Au-Ag-Cu system is known, as a (meta)stable equilibrium diagram. But, after relatively fast cooling from liquid state during casting will be obtained polycrystalline grains, different from equilibrium conditions. Such polycrystalline material frequently undergoes to rolling for obtaining a desired shape of (semi)product. Those processes, casting and rolling, will show the influence on the final structure to be obtained, also on properties of such treated alloy. The structural changes and obtained phases in metal working processes of 585 gold alloy still are not well examined, so here is provided an XRD examination after heavy reduction at cold rolling of a strip. The castings were in the flat form in dimension of 4,5x50x50mm, than cold rolled to 1,5mm, intermediate annealed and finally cold rolled to thickness of 0,5mm with height reduction of 66,7%.*

**Key words:** gold alloy 585, cold rolled strip, X-ray diffraction analysis