

F. Staub i J. Adamczyk
Katedra Metaloznawstwa

ZASTOSOWANIE REPLIK WĘGLOWYCH DO BADAŃ METALOGRAFICZNYCH NA MIKROSKOPIE ELEKTRONOWYM

STRESZCZENIE

Omówiono wpływ niektórych czynników na jakość i przydatność replik węglowych do badań metalograficznych na mikroskopie elektronowym.

Opisano metodę i określono optymalne warunki otrzymywania replik węglowych z dwóch gatunków stali węglowych i dwóch stopowych zależnie od obróbki cieplnej. Podano wyniki badań i wnioski.

1. Wstęp

Wyniki badań metalograficznych na mikroskopie elektronowym uzależnione są przede wszystkim od sposobu przygotowania preparatu — repliki, która winna wiernie oddawać wszystkie szczegóły powierzchni badanej struktury. Począwszy od 1940 r., kiedy Mehl po raz pierwszy użył mikroskopu elektronowego do badań metalograficznych wykonując z powierzchni zglądu przezroczystą dla strumienia elektronów' replikę, nie ustają wysiłki nad opracowaniem coraz to doskonalszych metod preparatyki do celów metalografii. Dotąd opracowano cały szereg metod często różniących się znacznie między sobą zarówno sposobem przygotowania jak i otrzymanym efektem.

Przydatność i doskonałość danej metody określa się w zależności od tego w jakim stopniu otrzymana replika odpowiada stawianym jej wymaganiom, przy czym jako kryteria wysuwa się:

- a) zdolność i dokładność ujawniania nawet najdrobniejszych szczegółów struktury bez wprowadzenia dodatkowych efektów wtórnych,
- b) amorficzność stosowanego na repliki medium, bez własnej wewnętrznej struktury,
- c) zapewnienie podobieństwa obrazu struktury obserwowanego na mikroskopie elektronowym i optycznym, co zapewnia ciągłość obserwacji i ułatwia interpretację,

- d) odporność repliki na działanie różnorodnych czynników chemicznych stosowanych w preparatyce,
- e) stosunkowo duża wytrzymałość mechaniczna repliki,
- f) odporność na działanie podwyższonych temperatur w wyniku bombardowania strumieniem elektronów,
- g) łatwość wykonania.

Dotąd nie udało się otrzymać repliki czyniącej zadość wszystkim wymienionym postulatam. Stosowane powszechnie repliki organiczne — kolloidionowe, mowitalowe i formwarowe wykazują szereg zalet, między innymi duże podobieństwo obrazów otrzymywanych na mikroskopie optycznym i elektronowym. Natomiast wadą ich jest niska zdolność rozdzielcza, pozwalająca w najlepszym razie na ujawnienie szczegółu o wielkości nie mniejszej od 500 Å, co często okazało się niewystarczającym [7].

Opracowane w ostatnim okresie czasu metody pozwalają na otrzymanie replik o zdolności rozdzielczej odpowiadającej praktycznie zdolności rozdzielczej mikroskopu elektronowego tj. ok. 50 Å. Uzyskuje się je przez naparowanie w próżni na powierzchnię zgładu par metali, tlenku krzemu lub węgla. Charakterystyczną ich cechą w przeciwieństwie do replik organicznych jest jednakowa grubość błonki w każdym miejscu, niezależnie od kształtu i orientacji poszczególnych elementów struktury.

Powstanie obrazu elektronooptycznego staje się możliwym na skutek różnego rozproszenia i absorpcji promieni elektronowych przez poszczególne miejsca repliki.

W przypadku replik organicznych, wykazujących niejednakową grubość, silniejsze rozproszenie i absorpcja elektronów zachodzi w miejscach o większej grubości repliki i na odwrót — rys. 1.

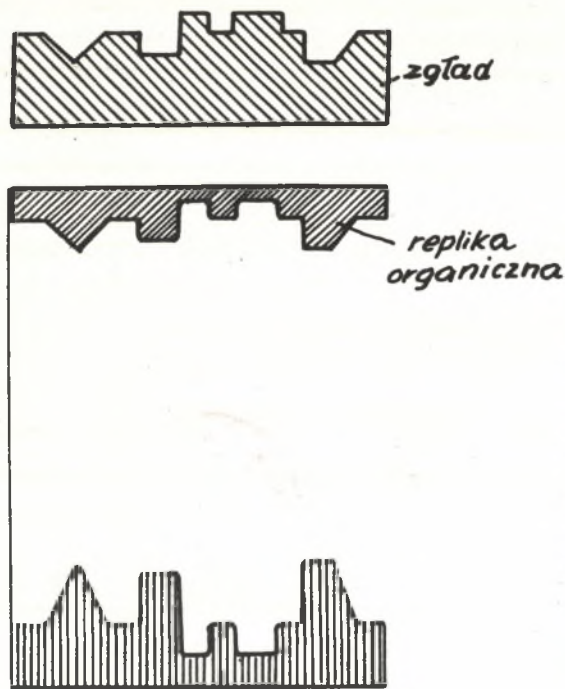
W replikach naparowywanych przy jednakowej grubości, efektywna droga, jaką przebyć muszą elektrony zależy od kąta nachylenia poszczególnych elementów repliki do kierunku biegu promieni elektronowych i stąd zachodzi różne rozproszenie elektronów w powstającym obrazie — rys. 2. Odwzorowane przez repliki węglowe obrazy struktury są jednak trudniejsze do interpretacji niż w organicznych i przy bardziej złożonych strukturach odczytanie ich wymaga dużego doświadczenia.

Badania przeprowadzone przez Bradley'a [2, 3], Wijka [4], Fukami [5], wykazały, że repliki węglowe odznaczają się następującymi zaletami:

- a) są wytrzymałe mechanicznie,
- b) odporne na działanie strumienia szybkich elektronów,
- c) nie ujawniają własnej struktury,
- d) posiadają wysoką zdolność rozdzielczą, dochodzącą do 50 Å
- e) ze względu na stosunkowo niską liczbę atomową węgla są łatwo przepuszczalne dla elektronów,
- f) wykazują dobrą widoczność przy preparowaniu, przez co są znacznie chętniej stosowane niż prawie niewidoczne błonki krzemowe.

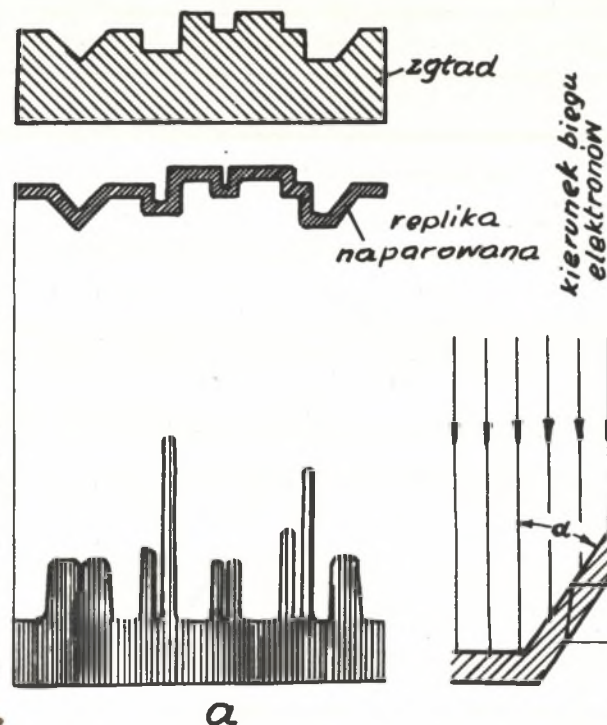
Wprowadzić w piśmiennictwie dotyczącym prac na mikroskopie elektronowym napotyka się na bogactwo i wielką różnorodność opisu preparatyki replik, ale każdy kto zaznajomił się z wykonywaniem praktycznym czynności wie dobrze, że opracowanie metod preparatyki jest niezmiernie

gęstość zaszczernienia kliszy fotogr.



Rys.1. Kontrast obrazu struktury odwzorowanej przez replikę organiczną

gęstość zaszczernienia kliszy fotogr.



Rys.2. Kontrast obrazu struktury odwzorowanej przez replikę naparowaną

a - grubość repliki, d - droga przenikania elektronów, α - kąt nachylenia

trudne. Już wstępne próby wykonywania replik węglowych pozwalają stwierdzić, że otrzymanie pomyślnych wyników zależy od szeregu czynników, głównie zaś składu chemicznego i struktury badanej próbki, sposobu przygotowania zglądu oraz stosowanej preparatyki. Jak dotąd piśmiennictwo nie podaje bliższych i bardziej ogólnych danych odnośnie wspomnianych czynników na jakość otrzymanej repliki. Trudność polega głównie na niemożności zachowania identycznych warunków preparowania, stąd też poszczególne laboratoria starają się ustalić doświadczalnie najwłaściwszą dla siebie metodę przygotowania replik.

W pracy niniejszej zebrano wstępne wyniki badań podjętych w Katedrze Metaloznawstwa Politechniki Śląskiej, celem ustalenia optymalnych warunków wykonywania replik węglowych. Zaznaczyć trzeba, że są to pierwsze tego rodzaju próby w Polsce.

2. Cel i zakres badań własnych

Badania przeprowadzono na próbkach czterech gatunków stali poddanych różnym zabiegom cieplnym. Skład chemiczny stali użytych do badań zestawiono w tablicy 1.

Tablica 1

Skład chemiczny badanych stali

| Gatunek stali | Skład chemiczny w % | | | | | | | | | |
|---------------|---------------------|------|------|-------|-------|-----|----|-----|------|-----|
| | C | Mn | Si | P | S | Cr | W | V | Ni | Cu |
| 10 | 0,1 | 0,32 | 0,20 | 0,025 | 0,030 | — | — | — | — | — |
| N 11 | 1,1 | 0,35 | 0,29 | 0,030 | 0,027 | — | — | — | — | — |
| LH 15 | 1,05 | 0,37 | 0,32 | 0,022 | 0,020 | 1,6 | — | — | 0,2 | 0,2 |
| SW 18 | 0,74 | 0,30 | 0,34 | 0,030 | 0,020 | 4,5 | 18 | 1,2 | 0,35 | — |

Próbki poddano obróbce cieplnej, celem otrzymania charakterystycznych struktur. Warunki obróbki cieplnej próbek wraz z wynikami badań metalograficznych na mikroskopie optycznym oraz badań twardości, zestawiono w tablicy 2.

3. Przygotowanie replik

3.1. Wykonanie zglądów

Zglądy do badań na mikroskopie elektronowym przygotowano sposobem powszechnie stosowanym do badań metalograficznych. Próbki szlifowano ręcznie na papierach ściernych, polerowano mechanicznie na tarczach polerskich — filcowych, zwilżanych zawiesiną tlenku aluminium w wodzie destylowanej. Ponieważ zglądy do badań metalograficznych na mikroskopie elektronowym wymagają znacznie staranniejszego wykonania niż do badań na mikroskopie optycznym, zgląd uznawano za zadawala-

Tabela 2

Warunki obróbki cieplnej badanych próbek

| Gatunek stali | Nr próbki | S t a n | | | | Odpuszczony | | Struktura pod mikroskopem metalograficznym | Twardość | |
|---------------|-----------|------------------------|------------|------------|---------------------|-------------|----------|--|----------|-----------------------|
| | | normalizow. w temp. °C | zmłękczony | z temp. °C | ośrodkiem chłodzący | w temp. °C | czas w h | | HRC | HB kG/mm ² |
| | | | | | | | | | | |
| 10 | 1.1 | 930 | — | — | — | — | — | — | 117 | |
| | 2.1 | 900 | — | — | — | — | — | — | 238 | |
| | 2.2 | — | × | — | — | — | — | — | 198 | |
| | 2.3 | — | × | 780 | woda | — | — | 63 | — | |
| | 2.4 | — | × | 780 | " | 300 | 1 | 54 | — | |
| N 11 | 2.5 | — | × | 780 | " | 600 | 1 | 29 | — | |
| | 3.1 | — | × | — | — | — | — | — | 189 | |
| | 3.2 | — | × | 860 | olej | — | — | 63 | — | |
| ŁH 15 | 3.3 | — | × | 860 | " | 300 | 1 | 53 | — | |
| | 3.4 | — | × | 860 | " | 600 | 1 | 32 | — | |

c. d. Tabl. 2

| Gatunek stali | Nr próbki | S t a n | | | | | Struktura pod mikroskopem metalograficznym | Twardość | |
|------------------|-----------|-------------------------------|-----------------|-------------------------|---------------------------|---------------------------|---|-------------|-----|
| | | normalizo- wany w temp. °C | zmień- czony | Hartowany z temp. °C | ośro- dek chłodzący | Odpuszczony w temp. °C | | czas w h | HRC |
| SW 18 | 4.1 | — | × | — | — | — | — | — | 248 |
| | 4.2 | — | × | 1280 | olej | — | — | 63 | — |
| | 4.3 | — | × | 1280 | " | 300 | 3×1 | 60 | — |
| | 4.4 | — | × | 1280 | " | 500 | 3×1 | 53 | — |
| | 4.5 | — | × | 1280 | " | 550 | 3×1 | 64 | — |
| | 4.6 | — | × | 1280 | " | 700 | 3×1 | 51 | — |

W osnowie ferrytu stopowego węglik stopowe: duże — pierwotne; małe — wtórne

W osnowie martenzytu ziarna austenitu szczątkowego oraz węglik stopowe

W osnowie martenzytu ziarna austenitu szczątkowego oraz węglik stopowe

W osnowie martenzytu iglastego i bezpostaciowego nieznaczna ilość austenitu szczątkowego oraz węglik stopowe

W osnowie martenzytu iglastego i bezpostaciowego węglik stopowe

W osnowie ferrytu stopowego węglik stopowe pierwotne i wtórne; sorbit

jący gdy nie wykazywał żadnych rys przy obserwacji pod mikroskopem optycznym w polu ciemnym przy powiększaniu $500\times$. Celem usunięcia powierzchniowej deformacji struktury — warstwy Beilby'ego, stosowano kilkakrotne trawienie i polerowanie. Do trawienia przy tych zabiegach używano 2% roztworu HNO_3 w alkoholu etylowym. Po końcowym wypolerowaniu zgląd płukano wodą, a następnie alkoholem metylowym.

3.2. Trawienie zglądów

Celem dobrania optymalnych warunków trawienia zglądów użyto trzech odczynników o następującym składzie chemicznym:

- a) 2% roztwór HNO_3 w alkoholu n-amyłowym
- b) 4% roztwór kwasu pikrynowego w alkoholu metylowym
- c) 1 g FeCl_3 + 2 ml HCl na 98 ml alkoholu metylowego.

Dla określenia właściwej głębokości trawienia zastosowano różne czasy, szczegółowo ujęte w tablicy 3, przy czym najkorzystniejszym okazał się czas krótszy około 20% od stosowanego do badań metalograficznych na mikroskopie optycznym.

Przed trawieniem powierzchni zglądu przemywano benzenem po czym po jej wysuszeniu наносono odczynnik trawiący. Zgląd po wytrawieniu spłukiwano 1% roztworem kwasu cytrynowego w acetonie i alkoholu metylowym w stosunku 1 : 1, celem rozpuszczenia ewentualnie powstałych produktów trawienia. Z kolei roztwór spłukiwano mieszaniną acetonu i alkoholu metylowego w stosunku 1 : 1, a następnie benzenem. Po wysuszeniu zgląd poddawano obserwacji pod mikroskopem optycznym po czym nakładano replikę czyszczącą z 10-cio procentowego roztworu nitrocelulozy w octanie amyłowym.

3.3. Napylenie warstewki węgla

Napylenia warstewki węgla na wytrawioną powierzchnię zglądów dokonano w próżni rzędu 10^{-4} do 10^{-5} mm Hg za pomocą urządzenia zw. napyłarką [1]. Źródłem emitującym cząsteczki węgla były dwie spektralnie czyste elektrody węglowe stykające się z sobą zaostrozonymi końcami, dociskane do siebie sprężynami. Przez elektrody przepływał prąd o natężeniu do około 50 A. Wysoka gęstość prądu w miejscu styku elektrod powoduje nagrzanie się ich do temperatury wyższej od temperatury sublimacji węgla w wyniku czego następuje silna emisja cząsteczek węgla. W odległości ok. 80 mm od źródła napylenia ustawiono zglądy powierzchniami wytrawionymi prostopadle do kierunku napylenia. Po otrzymaniu żądanej próżni włączano krótkotrwały przepływ prądu, w wyniku czego występowała silna emisja cząsteczek węgla. W tych warunkach powstaje cienka i ścisła błonka węglowa, którą po oddzieleniu od powierzchni zglądu można poddać obserwacji pod mikroskopem elektronowym.

Grubość napyłonej błonki węglowej określano za pomocą białej płytki porcelanowej na zasadzie barw interferencyjnych, osadzonej na niej warstewki węgla. Barwie nalotowej żółtej odpowiadają błonki węglowe cienkie o grubości ok. 50 Å [2], zaś barwie jasno-brązowej błonki o grubości ok. 200 — 250 Å.

3.4. Oddzielanie replik od powierzchni zgładów

Repliki oddzielano od powierzchni zgładów sposobem chemicznym przez rozpuszczenie warstewki metalu leżącej pod napyłoną błoną węglową, przy użyciu roztworów bromu w alkoholu metylowym o stężeniu 3 — 20%. Przed oddzieleniem, błonkę przylegającą do zgładu nacinano na kwadraciki o boku 3 mm.

Oddzielenia replik dokonano dwoma sposobami zgodnie z podaną metodą [8]:

- a) na powierzchnię zgładu z pociętą błoną węglową nanoszono kilka kropli roztworu i w momencie gdy błonka zaczęła odstawać, zanurzano w naczyniu z wodą destylowaną. Po zrównaniu się poziomów powierzchni zgładu ze zwierciadłem wody, błonki spływały na jej powierzchnię;
- b) próbkę wraz z pociętą błoną węglową na zgładzie zanurzano do roztworu bromu i po czasie wyznaczonym eksperymentalnie (w zakresie od kilku sekund do 1 minuty) wyciągano z roztworu, a powierzchnią zgładu dotykano zwierciadła wody destylowanej, na którą spływały błonki.

3.5. Czyszczenie i cieniowanie replik

Celem rozpuszczenia przyczepionych do replik cząstek metalu, poddano je wytrawieniu w roztworze kwasu solnego lub siarkowego w wodzie destylowanej o stężeniu 5 do 20% w czasie około 6 godzin. Po wytrawieniu repliki płukano w wodzie destylowanej w czasie ok. 1 godziny, a następnie wyławiano na nośniki preparatu i suszono, wykładając je na bibułę filtracyjną. Po wysuszeniu preparaty obserwowano pod stereoskopowym mikroskopem optycznym celem określenia jakości i czystości błonek, odrzucając preparaty zniszczone lub zanieczyszczone.

Część otrzymanych ze zgładu replik poddawano bezpośrednio obserwacji pod mikroskopem elektronowym a część cieniowaniu chromem w próżni ok. 10^{-4} do 10^{-5} mm Hg. Chrom umieszczony w łódce tantalowej włączonej w obwód prądu, był ogrzewany powyżej temperatury sublimacji, a powstający strumień par umożliwiał tym samym cieniowanie replik.

Szkiełko przykrywkowe z naklejonymi na siatkach nośnych replikami umieszczano w odległości ok. 80 mm od źródła parowania pod kątem 30 lub 45° do kierunku rozchodzenia się par chromu. Kąt cieniowania 30° stosowano dla replik ze zgładów słabiej wytrawionych oraz dla struktur dających na replice słaby kontrast np. martenzyt stali stopowych. Grubość warstewki regulowano czasem cieniowania i określano na zasadzie barw nalotowych [2].

4. Niektóre szczegóły preparowania i wyniki badań

Doświadczenie uzyskane w wyniku przeprowadzonych badań umożliwiło ujęcie wpływu pewnych czynników na jakość otrzymanych replik i ich właściwą interpretację, przy obserwacji pod mikroskopem elektronowym.

Stwierdzono, że otrzymanie poprawnej repliki zależy przede wszystkim od przygotowania zglądu, tj. od wypolerowania i wytrawienia. Obecność na wypolerowanej powierzchni nawet nielicznych rys lub uszkodzeń mechanicznych (np. powstałych na skutek wykruszenia się przy polerowaniu wtrąceń niemetalicznych) w dużym stopniu utrudnia a niekiedy całkowicie uniemożliwia oddzielenie repliki od zglądu.

Dalszym czynnikiem, który wyraźnie wpływa na jakość odwzorowanego przez replikę obrazu struktury jest trawienie zglądu. Dobór właściwego odczynnika oraz parametrów trawienia warunkuje otrzymanie prawidłowej repliki. Im większy relief wytrawionej powierzchni — uzyskany czasem działaniem odczynnika, tym silniejszy kontrast repliki, czyli zdolność odtworzenia obrazu struktury. Natomiast zbyt silne trawienie wywołuje powstanie figur trawienia co utrudnia oddzielenie repliki od powierzchni zglądu, a także powoduje wtórne efekty tzw. „artifakta”, czyli zjawiska powstania ubocznych i dodatkowych niekorzystnych efektów.

Najlepsze wyniki uzyskano stosując do trawienia zglądów ze stali: niskowęglowej 10 — roztwór kwasu azotowego w alkoholu n-amyłowym; wysokowęglowej narzędziowej N 11 — roztwór FeCl_3 i HCl w alkoholu metylowym; konstrukcyjnej stopowej ŁH 15 — roztwór kwasu pikrynowego w alkoholu metylowym lub roztwór FeCl_3 i HCl w alkoholu metylowym; wysokostopowej szybko tnącej SW18 — roztwór FeCl_3 i HCl w alkoholu metylowym.

Najkorzystniejszy czas trawienia wynosił ok. 20 — 30% czasu stosowanego zwykle do badań metalograficznych na mikroskopie optycznym. Tylko w przypadku struktur martenzytycznych wykazujących w zasadzie dużą odporność na działanie odczynnika trawiącego trzeba było użyć czasu trawienia jak do badań metalograficznych na mikroskopie optycznym.

Najkorzystniejsza grubość błonki węglowej wynosiła ok. 150 — 200 Å, co odpowiada żółto-brązowemu nalotowi na płytce porównawczej. Błonki cieńsze wprawdzie oddawały dobrze szczegóły struktury, były jednak nietrwałe mechanicznie, a ponadto wymagały silniejszego cieniowania. Za grube błonki dawały obraz ciemny i mniej wyraźny.

Polepszenie jakości błonek węglowych następowało w wyniku napyłania przy wyższej próżni, tj. ok. 10^{-5} mm Hg.

Za niska próżnia powoduje otrzymanie gorszych błonek, słabych mechanicznie i zanieczyszczonych odpryskami spalonego węgla [8].

Wzrost zawartości dodatków stopowych stali utrudnia oddzielenie replik od zglądu i stwarza konieczność stosowania dłuższych czasów trawienia przy oddzielaniu oraz silniej działających odczynników. Zbyt duże stężenie alkoholowych roztworów bromu (powyżej 20%) stosowanych do oddzielania replik, powoduje powstanie trudno rozpuszczających się produktów trawienia zanieczyszczających replikę i utrudniających jej oddzielenie. Trudność oddzielenia repliki zwiększa się również ze wzrostem niejednorodności struktury i pojawieniem się faz o różnej odporności chemicznej na działanie odczynnika oddzielającego.

W tym przypadku istnieje możliwość przyczepienia się do błonki węglowej drobnych cząsteczek faz międzymetalicznych o dużej odporności chemicznej jak np. węglików stopowych w stalach ŁH15 (rys. 11)

i SW18 oraz fazy węglkowej wydzielającej się przy odpuszczaniu w stali narzędziowej N11 [8]. Optymalne warunki oddzielania replik zestawiono w tablicy 3.

Niekiedy kontrast odwzorowanego przez repliki węglowe obrazu struktury można zwiększyć przez poddanie replik cieniowaniu. Najlepsze wyniki cieniowania uzyskano przy grubości 70 — 100 Å cieniującej warstwy chromu, odpowiadającej brązowemu nalotowi na płycie porównawczej i kącie cieniowania równym 30°. Zbyt gruba warstwa cieniująca obniża czytelność obrazu [8] oraz powoduje jego zniekształcenie (rys. 13).

Przeprowadzone badania zilustrowano rysunkami 3 — 18 a ich szczegółowy opis zamieszczono w tablicy 4.

Wnioski

Przeprowadzone badania wykazały, że:

1. Repliki węglowe nadają się dobrze do badań struktur stali węglowych i stopowych na mikroskopie elektronowym. Ich zalety są:
 - a) wysoka zdolność rozdzielcza, pozwalająca na ujawnienie dalszych szczegółów struktury ze wzrostem powiększenia;
 - b) dobre własności mechaniczne i termiczne, zależne jednak głównie od stosowanej przy napyłaniu próżni (minimum 10^{-4} mm Hg);
 - c) otrzymanie dobrego kontrastu obrazu struktury bez potrzeby cieniowania repliki;
 - d) możliwość otrzymania repliki ekstrakcyjnej, przydatnej do badań dyfrakcyjnych na mikroskopie elektronowym celem identyfikacji faz.
2. Występujące przy wykonywaniu replik węglowych wady nie są zasadniczej wagi i dotyczą raczej trudności występujących również przy innych metodach preparowania. Jako specyficzne występują:
 - a) trudności przy oddzielaniu repliki zwłaszcza w stalach stopowych o strukturze niejednorodnej (z węglkami);
 - b) zniszczenie zglądu w trakcie oddzielania, co stwarza konieczność ponownego wykonania zglądu przy powtórzeniu badania.

Porównanie zalet i wad w otrzymywaniu replik węglowych przemawia za ich szerokim zastosowaniem w badaniach struktur stali węglowej i stopowej na mikroskopie elektronowym.

PIŚMIENICTWO

- [1] F. Staub, J. Tymowski — Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej — Mechanika 5. 1958 r.
- [2] D. E. Bradley — Brit. J. Appl. Phys. Nr 5, str. 65. 1954 r.
- [3] D. E. Bradley — Brit. Appl. Phys. Nr 12, str. 27, 1956 r.
- [4] F. van Wijk — Rer. Uniwers. Min. Nr 99, str. 555. 1956 r.
- [5] A. Fukami — Rer. Uniwers. Min. Nr 99, str. 476, 1956 r.
- [6] E. W. Panczenko i współpr. — *Laboratoria metallografii* — Moskwa 1957 r.
- [7] L. Habraken — *Sur la metallographie électronique* — Edit CNRM — Liège 1953 r.
- [8] J. Adamczyk — Praca dyplomowa Nr 101 Katedra Metaloznawstwa Pol. Śl. 1959 r.

Tablica 3

Optymalne warunki trawienia i oddzielenia replik węglowych od powierzchni zgładów

| Gatunek stali | Obróbka cieplna (stan) | Struktura pod mikroskopem elektronowym | Trawienie zgładów *) | | Oddzielenie replik **) | | Rys. | | | |
|---------------|---------------------------------|---|----------------------------------|----------------|------------------------|---------|------|-------------|---|-------|
| | | | Odczynnik | t ₁ | t ₂ | Czas | | Sposób I II | | |
| 10 | normalizowany | W osnowie ferrytu z niewielką ilością perlitu, wydzielenia cementytu 3-cio rzędowego na granicach ziarn | 2 % HNO ₃ | 60" | 90" | 4 % Br | 6' | × | — | 3 i 4 |
| | normalizowany | W osnowie perlitu pasmowego nieliczne ziarna cementytu wtórnego | FeCl ₃ -HCl | 60" | 90" | 10 % Br | 35" | — | × | 5 |
| | zmiękczony | W osnowie ferrytu ziarna cementytu wtórnego | FeCl ₃ -HCl | 50" | 70" | 10 % Br | 45" | — | × | 6 |
| | hartowany | W osnowie martenzytu częściowo iglastego nieliczne ziarna cementytu wtórnego | FeCl ₃ -HCl | 150" | 160" | 10 % Br | 35" | — | × | 7 |
| N 11 | hartowany i odpuszczony w 300°C | W osnowie martenzytu odpuszczonego ziarna cementytu wtórnego | FeCl ₃ -HCl | 50" | 60" | 10 % Br | 30" | — | × | 8 i 9 |
| | hartowany i odpuszczony w 600°C | W osnowie ferrytu ziarna cementytu wtórnego; sorbit | FeCl ₃ -HCl | 100" | 120" | 10 % Br | 30" | — | × | 10 |
| ŁH 15 | zmiękczony | W osnowie ferrytu stopowego węgliki stopowe wtórne | pikral FeCl ₃ -HCl | 3' | 4' | 6 % Br | 40" | — | × | — |
| | hartowany | W osnowie drobnego martenzytu węgliki stopowe wtórne | pikral FeCl ₃ -HCl | 120" | 150" | 20 % Br | 3' | × | — | 11 |
| | hartowany i odpuszczony w 300°C | W osnowie martenzytu odpuszczonego węgliki stopowe wtórne | pikral FeCl ₃ -HCl | 120" | 150" | 6 % Br | 45" | — | × | — |
| | hartowany i odpuszczony w 600°C | W osnowie ferrytu stopowego węgliki stopowe: duże — wtórne; drobne — wydzielone przy odpuszczaniu; sorbit | pikral FeCl ₃ -HCl | 4' | 5' | 6 % Br | 50" | — | × | 14 |
| | | | | 180" | 220" | 6 % Br | 30' | — | × | — |
| | | | 60" | 70" | 20 % Br | 3' | × | — | — | |

Применение углеродных отпечатков к металлографическим исследованиям на электронном микроскопе

Описано метод и определено оптимальные условия получения углеродных отпечатков для углеродистых и легированных сталей различных структур.

Исследовано влияние приготовления и травления шлифов, род структуры, условия испарения углерода и отделения пленок, а также оттенения на качество и пригодность углеродных отпечатков к металлографическим исследованиям.

Констатировано большое влияние приготовления и травления шлифов на качество получаемого вида структуры. Обнаружено что как механические свойства отпечатков зависят в главной мере от вакуума при испарении. Наблюдение доказало, что углеродные отпечатки требуют более слабого оттенения чем лаковые. При отделении отпечатков от шлифов определено что увеличивание неоднородности структуры и легирующих элементов затрудняет их отделение.

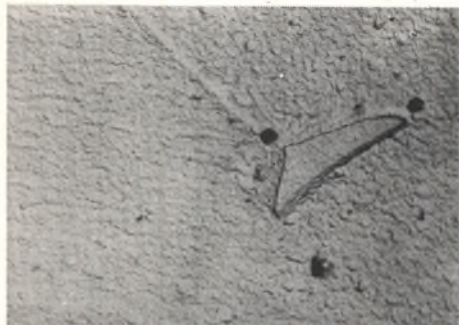
Die Eignung der Kohlenstoffabdrücken für metallographische Untersuchungen am Elektronenmikroskop

Das Anwenden der Kohlenstoffabdrücken für metallographische Prüfung am Elektronenmikroskop wurde näher untersucht. Die Erhaltung eines guten Kohlenstoffabdruckes hängt von mehreren Umständen ab. Diese setzen voraus eine sehr gute Schliiffherstellung und ein entsprechendes Ätzen. Die mechanischen Eigenschaften des Kohlenstoffabdruckes hängen stark vom richtigen Vakuum bei der Aufdampfung ab. Die Kohlenstoffschichte verlangt etwas schwächeres Beschatten im Vergleich zu den anderen. Es wurde festgestellt, dass die Strukturungleichmässigkeiten und die Erhöhung von Legierungsbestandteilen die Abnahme des Kohlenstoffabdruckes erschweren.

| Nr rys. | Gatunek stali | Obróbka cieplna (stan) | Trawienie | Replika cieniowana | Struktura | Powiększenie $\times 10^3$ | |
|---------|---------------|---|--------------|--------------------|--|----------------------------|---------------|
| | | | | | | P_e^* | P_{ef}^{**} |
| 3 | 10 | normalizowany | HNO_3 | — | W osnowie ziarn ferrytu na granicach wydzielienia cementytu trzeciorzędowego. Ferryt wykazuje pomarszczenia spowodowane silnym trawieniem, cementyt ma powierzchnię gładszą. Przy cieniowaniu powierzchnie ziarn stają się lepiej widoczne. Ciemne plamy okrągłe na rys. 3 i podłużna w górnej części rys. 4, są to zanieczyszczenia powstałe w czasie preparowania. W tymże rysunku w wyniku kierunkowego nagromadzenia się cząstek chromu na krawędzi wystającego cementytu powstało zaciemnienie tworzące łamaną ciemną linię, natomiast za ziarnem cementytu występuje pasmo jaśniejsze wywołane brakiem warstwy cieniującej | 8 | 24 |
| 4 | | | | Cr | | 8 | 24 |
| 5 | N 11 | normalizowany w $900^\circ C$ | $FeCl_3-HCl$ | Cr | W osnowie perlitu pasmowego nieliczne okrągłe ziarna cementytu wtórnego różnej wielkości | 8 | 24 |
| 6 | N 11 | zmiękczany | $FeCl_3-HCl$ | Cr | W osnowie szarego ferrytu występujące ziarna cementytu wtórnego o zmiennym kształcie i wielkości | 8 | 24 |
| 7 | N 11 | hartowany z $780^\circ C$ w wodzie | $FeCl_3-HCl$ | Cr | W osnowie martenzytu częściowo iglastego nieliczne ziarna cementytu wtórnego zmiennej wielkości | 8 | 24 |
| 8 | N 11 | hartowany j. w. i odpuszczony w $300^\circ C$ | $FeCl_3-HCl$ | — | W osnowie martenzytu odpuszczonego ziarna cementytu wtórnego zmiennej wielkości. Replika węglowa niecieniowana ujawnia bardzo wyraźnie drobnoiglastą strukturę martenzytu | 8 | 24 |
| 9 | N 11 | hartowany j. w. i odpuszczony w $300^\circ C$ | $FeCl_3-HCl$ | Cr | Jak rys. 8, lecz obraz struktury o mniej wyraźnych utworach iglastych. Potwierdza to nieprzydatność cieniowania w pewnych warunkach danej struktury i trawienia | 8 | 24 |
| 10 | N 11 | hartowany j. w. i odpuszczony w $600^\circ C$ | $FeCl_3-HCl$ | Cr | W osnowie ferrytu ziarna cementytu wtórnego zmiennej wielkości; ziarna drobne — wydzielone przy odpuszczaniu; sorbit | 8 | 24 |

*) P_e — powiększenie elektronowe.

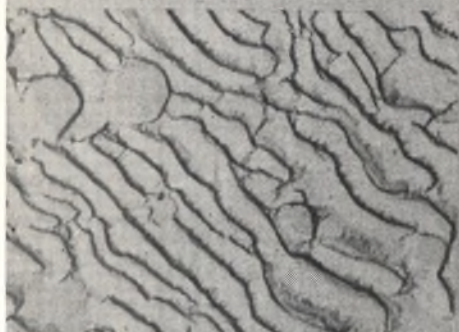
**) P_{ef} — powiększenie całkowite (elektronowe \times fotograficzne).



3



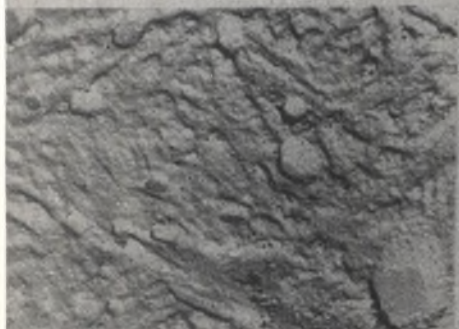
4



5



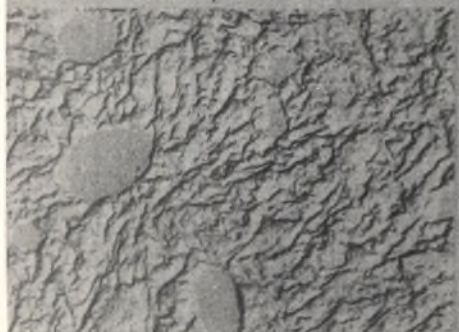
6



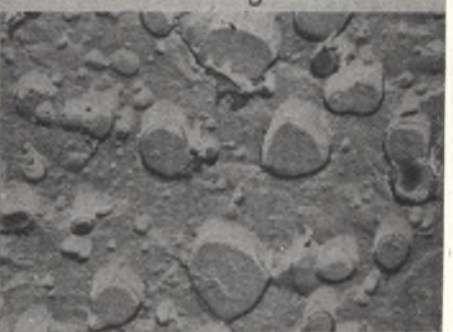
7



8



9



10

| Nr rys. | Gatunek stali | Obróbka cieplna (stan) | Trawienie | Replika cieniowana | S t r u k t u r a | Powiększenie $\times 10^3$ | |
|---------|---------------|---|------------------------|--------------------|---|----------------------------|--------------|
| | | | | | | P_e *) | F_{ef} **) |
| 11 | ŁH 15 | zmiękczony | FeCl ₃ -HCl | — | W osnowie ferrytu stopowego węgliki stopowe zmiennej wielkości. Ciemna plama powstała w wyniku przywarcia węglika do repliki | 8 | 24 |
| 12 | ŁH 15 | hartowany w 860°C w oleju | FeCl ₃ -HCl | — | W osnowie drobnego martenzytu duże węgliki stopowe | 8 | 24 |
| 13 | ŁH 15 | hartowany w 860°C w oleju | FeCl ₃ -HCl | Cr | J. w. kontrast zwiększony w wyniku cieniow. | 8 | 24 |
| 14 | ŁH 15 | hartowany j. w. i odpuszczony w 300°C | FeCl ₃ -HCl | Cr | W osnowie martenzytu odpuszczonego węgliki stopowe zmiennej wielkości | 8 | 24 |
| 15 | SW 18 | hartowany z 1280°C w oleju | FeCl ₃ -HCl | Cr | W osnowie martenzytu iglastego z małą ilością austenitu szczątkowego węgliki stopowe. Słabe cieniowanie polepsza obraz struktury | 8 | 24 |
| 16 | SW 18 | hartowany j. w. i odpuszczony 3-krotnie w 300°C | FeCl ₃ -HCl | — | J. w. lecz martenzyt pod wpływem temperatury odpuszczania uwidacznia więcej szczegółów. Na granicach ziarn węglików zaznacza się zapoczątkowanie zmian w strukturze | 8 | 24 |
| 17 | SW 18 | hartowany j. w. i odpuszczony 3-krotnie w 500°C | FeCl ₃ -HCl | Cr | Martenzyt oraz węgliki stopowe. Martenzyt pod wpływem temp. i czasu odpuszczania zatracą budowę iglastą i miejscami powstają obszary (ziarna) bezpostaciowe | 8 | 24 |
| 18 | SW 18 | hartowany j. w. i odpuszczony 3-krotnie w 550°C | FeCl ₃ -HCl | Cr | J. w. w ziarnach bezpostaciowego martenzytu powstają nowe iglaste wydzielienia (strzałka) | 8 | 24 |

*) P_e — powiększenie elektronowe.

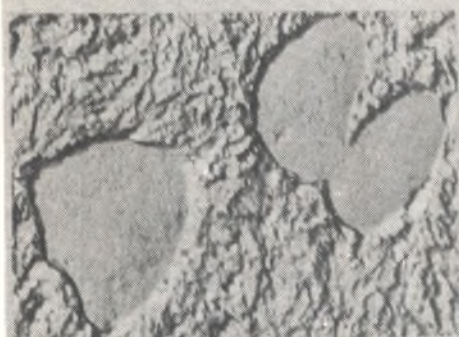
***) P_{ef} — powiększenie całkowite (elektronowe \times fotograficzne).



11



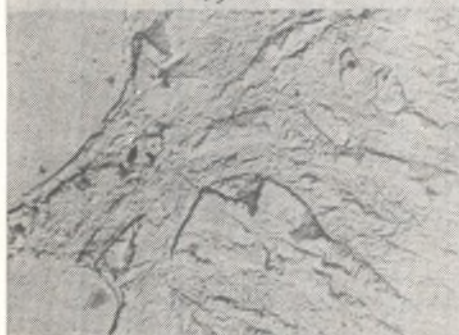
12



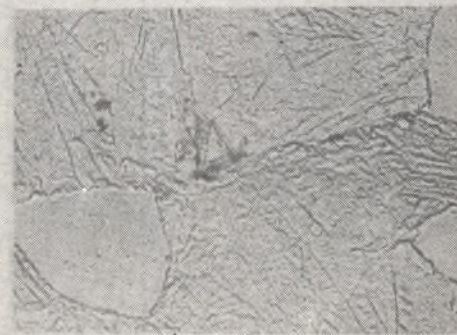
13



14



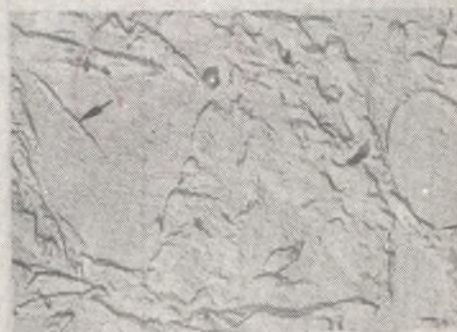
15



16



17



18