Nr 69

Mechanika z.15

1962

JAN ADAMCZYK

PREPARATYKA REPLIK WĘGLOWYCH

<u>Streszczenie</u>: Przeprowadzono badania nad otrzymaniem replik węglowych o wysokiej zdolności rozdzielczej do celów mikroskopii elektronowej. Omówiono sposoby zaostrzenia elektrod grafitowych oraz metody równoczesnego napylania platyną i węglem. Określono optymalne warunki oddzielania replik węglowych i platynowo-węglowych od powierzchni zgładów po różnych zabiegach obróbki cieplnej.

1. CEL I ZAKRES BADAN

Wyjaśnienie niektórych zjawisk zachodzących w metalach i stopach jest możliwe tylko przez stosowanie coraz dokładniejszych metod badania oraz nowoczesnej aparatury. Odnosi się to przede wszystkim do badań na mikroskopie elektronowym, bowiem nawet najnowocześniejsze urządzenie przy zastosowaniu przestarzałych metod preparowania replik nie daje pożądanych wyników. Stąd ciągła dążność do ulepszania metod preparowania, umożliwiających otrzymanie replik o coraz wyższej zdolności rozdzielczej. Szczególne znaczenie w tym przypadku mają repliki węglowe, które przy zastosowaniu odpowiedniej preparatyki osiągają nawet zdolność rozdzielczą w zakresie 20 do 10 Å.

Celem pracy jest opracowanie metody otrzymywania replik węglowych o wysokiej zdolności rozdzielczej, szczególnie do badań stali węglowych i stopowych. Praca jest kontynuacją prac w zakresie preparatyki replik węglowych, prowadzonych bieżąco w Katedrze Metaloznawstwa Politechniki Śląskiej.

2. PRZEGLĄD PIŚMIENNICTWA

Repliki węglowe otrzymuje się przez napylanie w próżni ok. 10⁻⁴ do 10⁻⁷ mm Hg na wytrawioną powierzchnię zgładów metalograficznych cząsteczek węgla w urządzeniach próżniowych napylarkach [1 - 8].

Źródłem emitującym cząsteczki węgla są najczęściej elektrody grafitowe spektralnie czyste, dociskane do siebie zaostrzonymi końcami za pomocą sprężyn. Przez elektrody przepuszcza się prąd elektryczny o natężeniu od 50 do 150 Å. Zaostrzone końcówki elektrod pod wpływem dużej gęstości prądu nagrzewają się do temperatury sublimacji węgla i w tym stanie emitują cząsteczki węgla [2-8].

Innymi sposobem otrzymania cząsteczek węgla, to dysocjacja par benzenu lub innych węglowodorów pod kloszem napylarki w polu potencjału elektrycznego ok. 1000 V [2,6].

Emitowane cząsteczki węgla kondensują na powierzchni zgładu i tworzą cienką i ścisłą błonkę, która po oddzieleniu dokładnie odwzorowuje relief powierzchni zgładu. Napyloną błonkę węgla oddziela się od powierzchni zgładu chemicznie lub elektrolitycznie przez rozpuszczenie warstewki metalu pod napyloną błonką [1-8], lub niekiedy mechanicznie, przez zastosowanie warstwy wzmacniającej [6].

Repliki węglowe, ze względu na stosunkowo niski ciężar atomowy węgla, posiadają małą zdolność rozpraszania elektronów, przez co otrzymany obraz elektronooptyczny nie jest kontrastowy. Kontrast można zwiększyć przez silniejsze wytrawienie zgładu, co jednak wywołuje powstanie głębokiego reliefu, utrudniającego oddzielenie błonek, a także wystąpienie wtórnych efektów (zwanych "artifaktami"), obniżających czytelność obrazu. Stąd też powszechnie stosowanym sposobem zwiększenia kontrastu obrazu jest cieniowanie replik węglowych parami ciężkich metali pod kątem 30 do 45°. Utworzona warstwa cieniująca nie powinna ujawniać własnej struktury. ani ulegać lokalnej koagulacji. Najczęściej stosowanymi metalami do cieniowania replik są: chrom, platyna i wolfram. Zdolność rodzielcza cieniowanych replik węglowych, ze względu na występowanie własnej struktury replik, jest ograniczona i w najkorzystniejszym przypadku wynosi 100 do 50 A, co nie zawsze jest wystarczające do ujawnienia wszystkich szczegółów struktury.

Polepszenie zdolności rozdzielczej replik węglowych uzyskuje się przez napylanie węgla na uprzednio naniesioną na zgład cienką warstewkę platyny lub równoczesne napylanie platyny i węgla. Dotąd opracowano kilka sposobów otrzymywania replik platynowo-węglowych, mianowicie: sposób KOENIGa i KNOCHa [9], polegający na katodowym rozpyleniu elektrody grafitowej z zamocowanym w rdzeniu drucikiem platynowym; BRADLEYa [10,14], polegający na odparowaniu elektrod grafitowo-platynowych, wykonanych w postaci prasówek; GROTHEa i współpracowników [11], polegający na równoczesnym odparowaniu platyny i węgla przez zawieszenie na zaostrzonych końcach elektrod cienkich drucików platyny oraz sposób GADACZa i REIMERA [12], polegający na odparowaniu platyny z łódki grafitowej.

3. BADANIA WŁASNE

3.1. Materiał do badań i przygotowanie próbek

Badania przeprowadzono na ośmiu gatunkach stali poddanych różnym zabiegom obróbki cieplnej. Skład chemiczny stali zastosowanych do badań zestawiono w tablicy 1.

Tablica 1

Ga-		skład chemiczny w %								
tunek stali	С	Mn	Si	Р	S Cr		Cr Ni		czenie stali	
05X	0,05	0,31	0,00	0,027	0,030	-	-	1	do głębo- kiego tło- czenia	
35	0,32	0,63	0,30	0,028	0,032	-	-	1	konstruk- cyjna wę- glowa	
N12	1,18	0,33	0,30	0,027	0,029	0,12	0,15	1	narzędzi⊙- wa	
20HNM	0,22	0,65	0,33	0,030	0,035	0,55	1,82	9,25	do nawęglania	
35HM	0,35	0,55	0,28	0,030	0,035	1,05	0,35	0,23	do ule- pszania cieplnego	
4052	0,38	0,72	1,55	0,035	0,040	0,2	0,25	-	resorowa	
H9S2	0,45	0,65	2,55	0,025	0,028	9,53	0,46	1	zaworowa	
H10S2M	0,47	0,58	2,53	0,022	0,027	9,83	0,44	04,83	zaworowa	

Skład chemiczny badanych stali

Próbki poddano obróbce cieplnej celem otrzymania dla badanych stali charakterystycznych struktur. Warunki obróbki cieplnej próbek wraz z wynikami obserwacji struktury zestawiono w tablicy 2.

Zgłady do badań przygotowano przez szlifowanie ręczne na papierach ściernych, a następnie polerowa no mechanicznie na tarczach filcowych zwilżanych zawiesiną tlenku glinu w wodzie destylowanej. Część próbek polerowano również na pastach diamentowych. Wypolerowane zgłady przemywano wodą destylowaną, a następnie benzenem.

Zgłady trawiono chemicznie stosując odczynniki zestawione w tablicy 3. Czas trawienia próbek wyznaczono eksperymentalnie, opierając się na wstępnej obserwacji struktury na mikroskopie optycznym, wynikach uzyskanych na mikroskopie elektronowym oraz badaniach wcześniejszych [8]. Po wytrawieniu próbki płukano wodą destylowaną, a następnie benzenem.

Celem usunięcie powstałych w procesie trawienia produktów reakcji chemicznych na wytrawione powierzchnie zgładów nanoszono błonki czyszczące z 10% kolodium.

3.2. Napylanie błonki węglowej i platynowo-węglowej

Napylanie błonki węglowej i platynowo-węglowej na wytrawiope powierzchnie zgładów przeprowadzono w próżni 10⁻⁴ do 10⁻⁹ mm Hg w napylarkach produkcji ZEUL - Warszawa i Carl Zeiss-Jena (NRD). Schemat przyrządu użytego do napylania przedstawiono na rys.1. Przez elektrody zaostrzone, jak na rys.2, przepuszczano prąd o natężeniu 50 do 100 A. Wysoka gęstość prądu w miejscu styku elektrod powoduje oporowe nagrzewanie się zaostrzonych końców elektrod do temperatury wyższej od temperatury sublimacji węgla, a tym samym emisję jego cząsteczek. W odległości ok. 80 mm od źródła napylania ustawiano zgłady, na których emitowane cząsteczki węgla kondensując się tworzą ścisłą błonkę. Grubość błonki określono na oko za pomocą płytki porcelanowej z naniesioną kroplą oleju próżniowego [8]. W pracy stosowano błonki węglowe o grubości odpowiadającej żółto-brązowemu nalotowi cząstek węgla na płytce porównawczej, tj. ok. 100 Å. Wymaganą grubość błonki otrzymywano przez krótkotrwały (3 ÷ 5 sek) przepływ prądu.

Stwierdzono, że sposób zaostrzenia elektrod w zasadzie nie wpływa na jakość replik. Próby wykazały, że przy zacho-

Tablica 2

Warunki obróbki cieplnej i struktura próbek

Gatunek stali	Nr próbki	Obróbka cieplna stan	Struktura			
05X	1.0	N-950°C	Ferryt; na granicach ziarn nieznaczna ilość perlitu oraz cementytu trzeciorzędowego			
	1.1	H-850°C/woda	martenzyt iglasty			
35	1,2	H-850 [°] C/woda 0-500 [°] C/1 h	wydzielenia węglików w ferrycie - sorbit			
Series - Series	1.3	H-760°C/woda	martenzyt z ferrytem			
	2.1	H-900 ⁰ C/woda	martenzyt gruboiglasty			
N12	2.2	H-900 [°] C/woda 0-300 [°] C/1 h	martenzy odpuszczony o budowie iglastej			
	2.3	H-900°C/woda 0-600°C/1 h	wydzielenie węglików w ferrycie - sorbit			
3.1		H-840°C/olej	martenzyt drobnoiglasty			
20HNM	3.2	H-840 [°] C/olej 0-300 [°] C/1 [°] h	martenzyt odpuszczony o budowie drobno- iglastej			
· Kalina	3.3.	H-840°C/olej 0-600°C/1 h	wydzielenia węglików w ferrycie - sorbit			

Freparatyka replik weglowych

26

Jan Adamczyk

1	2	3	4		
	4.1	H-850°C/olej	martenzyt iglasty		
35HM	4.2	H-850°C/olej 0-300°C/1 h	martenzyt odpuszczony o budowie iglastej		
	4.3	H-850°C/olej 0-600°C/1 h	wydzielenia węglików w ferrycie – sorbit		
4052	5.1	HI-850 [°] C/350 [°] C/2" /woda	w osnowie martenzytu nieznaczna ilość igieł bainitu dolnego		
	5.2	HI-jw./10"/ woda	struktura jw. ze większoną ilością bainitu		
	5.3	HI-jw/2'/woda	bainit dolny z nieznaczną ilością marten- zytu		
	6.1	H -1050⁰C/wo ãa	martenzyt drobnoiglasty z nieznaczną iloś- cią węglików stopowych		
	6.2	H-1050 [°] C/woda 0-500 [°] C/1 h	martenzyt odpuszczony z nieznaczną ilością węglików stopowych		
H9S2	6.3	H -1 050 [°] C/woda 0- 500 [°] C/1 h	martenzyt odpuszczony o wyraźnej budowie iglastej z nieznaczną ilością węglików sto powych		
	6.4	H-1050 [°] C/woda 0- 700 [°] C/1 h	wydzielenią węglików wewnątrz i na grani- cach ziarn ferrytu - sorbit;		

1	2	3	4
H1032M	7.1	H-1050 ⁰ C/olej	martenzyt drobnoiglasty z nieznaczną iloś- cią węglików stopowych
	7.2	H-1050 [°] C/olej 0-300 [°] C/1 h	martenzyt odpuszczony z nieznaczną ilością węglików stopowych
	7.3	H-1050 ⁰ C/olej 0- 500 ⁰ C/1 h	martenzyt odpuszczony o wyraźnej budowie iglastej z nieznaczną ilością węglików stopowych
	7.4	H-1050 ⁰ C/olej 0- 700 ⁰ C/1 h	wydzielenia węglików wewnątrz i na grani- cach ziarn ferrytu - sorbit

N - normalizowanie;

H - hartowanie; O - odpuszczanie;

HI- hartowanie izotermiczne

Tablica 3

Odczynniki zastosowane do trawienia zgładów

Gatunek Stali	Odczynnik
05X, 35, N12, 4082	2% roztwór HNO3 w alkoholu n-amylowym
20HNM 1 35HM	4% roztwór kwasu pikrynowego w alkoholu metylowym
H9S2 i H10S2M	1 g FeCl ₃ + 2 cm ³ HCl + 98 cm ³ alkoholu metylowego

Preparatyka replik węglowych

waniu wymaganej próżni błonki węglowe nie wykazują odprysków węgla, ani innych wad. Sposób przedstawiony na rys.2c umożliwia jednak przeprowadzenie szeregu zabiegów napylania bez



Rys.1. Schemat przyrządu do napylania

1-elektrody grafitowe, 2-sprężyna; 3-korpus; 4-doprowadzenie prądu; 5-izolator



Rys.2. Sposoby zaostrzania elektrod grafitowych do napylania węglem

ponownego zaostrzania elektrod. Ponadto, w czasie napylania do wysokiej temperatury nagrzewa się tylko część elektrody o mały przekroju, co pozwala na zachowanie parametrów prądu i ułatwia ustalenie czasu zabiegu.

Repliki platynowo-węglowe otrzymywano dwoma sposobami: - napylanie od góry; przez wstępne stopienie drutu platynowego o masie ok. 2 mg, zawieszonego na elektrodach grafitowych zaostrzonych jak na rys.3a, włączając prąd o natężeniu 50A oraz równoczesne odparowanie platyny i węgla, przez zwiększenie natężenia prądu do 60 A₃

- napylanie od doku przez wstępne stopienie platyny umieszczonej na elektrodach (jak na rys.3b), włączając prąd o natężeniu 60A oraz równoczesne odparowanie platyny i węgla, przez zwiększenie natężenia prądu do 80A.





a - od góry; b - od dołu

Wstępne stopienie i częściowe wtopienie platyny w elektrodę grafitową przeciwdziała jej odpryśnięciu w czasie napylania. Podczas tego zabiegu próbki ekranuje się przysłoną.

Dla oceny przydatności podanych sposobów otrzymywania replik platynowo-węglowych przeprowadzono badania dyfrakcyjne. Forównanie dyfraktogramów replik platynowo-węglowych z otrzymywanymi na czystych błonkach platynowych wykazało w pierwszym przypadku znaczne rozmycie prążków interferencyjnych. Wskazuje to na równomierne rozmieszczenie cząstek platyny i węgla a tym samym wysoką zdolność rozdzielczą tych replik.

3.4. Oddzielanie replik

Repliki oddzielano od powierzchni zgładów elektrolitycznie i chemicznie. Do oddzielania elektrolitycznego zastosowano odczynniki podane w literaturze [6,14] oraz 5,10 i 15% wodne i alkoholowe roztwory kwasów: azotowego, siarkowego, solnego i fluorowodorowego. Stosowane dawniej do oddzielania chemicznego alkoholowe roztwory bromu [8], ze względu na konieczność stosowania uciążliwej aparatury wyciągowej, zastąpiono odczynnikami podanymi w pracach [6,14] oraz wodnymi roztworami kwasu solnego i azotowego o różnym stężeniu. Najlepsze wyniki uzyskuje się stosując do oddzielania elektrolitycznego: 10% roztwór HCl w wodzie destylowanej, zaś do chemicznego odczynnik o składzie: 1 cm³ HCl + 2 cm³ HNO₃+ 13 cm³ H₂O

Oddzielanie elektrolityczne przeprowadzono włączając w obwód prądu stałego jako anodę próbkę z pociętą błonką, natomiast katode stanowiła płytka miedziana (rys.4). Elektrody



Rys.4. Schemat urządzenia do elektrolitycznego oddzielania replik

1-próbka z pociętą na kwadraty błonką; 2-katoda Cu; 3-elektrolit; 4-opornica; 5-prostownik; 6- transformator

zanurzano w elektrolicie, a następnie włączano prąd. Po cząsie, kiedy błonki zaczęły odstawać prąbkę wprawiano w ruch wahadłowy co spowodowało spłynięcie części błonek do elektrolitu. Kilkakrotne podniesienie próbki nad zwierciadło odczynnika i ponowne jej powolne zanurzanie powoduje spływanie pozostałych błonek na powierzchnię elektrolitu. Oddzielone błonki wyławia się siatką miedzianą i wytrawia w 5% wodnym roztworze kwasu solnego w czasie 30 minut, a następnie płucze wodą destylowaną. Błonki wypłukane wyławia się na wytrawione w 5% alkoholowym roztworze kwasu azotowego miedziane siatki preparatowe i suszy w spokojnym powietrzu.

Oddzielanie chemiczne przeprowadzono nanosząc kilka kroplj odczynnika na powierzchnie zgładów z pociętą błonką, a następnie po zaobserwowaniu odstawania błonek, próbkę zanurza się w wodzie destylowanej. Zrównanie się powierzchni zgładu ze zwięrciadłem wody powoduje spłynięcie błonek na jej powierzchnię. Warunki oddzielania replik zestawiono w tablicy 4.

Repliki platynowo-węglowe oddziela się podobnie, z tym, że na napyloną błonkę przed oddzieleniem nanosi się cienką warstwę 5% kolodium w octanie amylowym. Po odparowaniu rozpuszczalnika dwuwarstwową błonkę przecina się na kwadraty o boku 2 do 3 mm i oddziela elektrolitycznie. Zabieg ten stosuje się celem uniemożliwienia rozrywania replik przez wydzielające się pod oddzielaną błonką pęcherzyki gazu. Czas oddzielania w tym przypadku przedłuża się w stosunku do podanego w tablicy 4 o ok. 50%. Oddzielone błonki dwuwarstwowe wytrawia się w 5% roztworze HCl, płucze wodą destylowaną, a następnie zanurza się w acetonie, gdzie następuje rozpuszczenie kolodium. Błonki platynowo-węglowe płucze się dodatkowo czystym acetonem, wyławia się na nośniki preparatu i suszy.

Oddzielanie replik od powierzchni zgładów stanowi podstawową trudność przy otrzymywaniu replik węglowych i platynowowęglowych. Podane w pracy metody i odczynniki są na ogół skuteczne i nadają się do oddzielania replik z próbek o różnej wielkości. Skuteczność metody zależy jednak od składu chemicznego i struktury stali. Na przykład wystąpienie w stali 4052 wydzieleń grafitu utrudniło oddzielenie replik.

Ogólnie stwierdzić można, że oddzielanie elektrolityczne daje lepsze wyniki w przypadku stali o strukturze niejednorodnej np. hartowanych i odpuszczanych. Do oddzielania replik z próbek o strukturze zbliżonej do jednorodnej stosować można zarówno oddzielanie elektrolityczne przy obniżonych parametrach prądu jak i chemiczne. Oddzielanie chemiczne daje bardzo dobre wyniki w odniesieniu do stali niskowęglowych o strukturze ferrytycznej.

Tablica 4

Warunki oddzielania replik węglowych

Ga- tunek stali	Nr próbki 2	Obróbka cieplna stan 3	odd zie- lanie 4	Od- czyn- nik 5	Napię- cie V 6	Gęstość prądu A/cm 7	Czas 8	Uwagi 9
05 X	1.0	N-950°C	chemiczne	Λ	e F	-	0,5+2	
	1.1	H-850°C/woda			15	0,4+0,5	1,5+2	
35	1.2	H-850°C/woda 0-500°C/1 h	elektro- lityczne	В	20	0,7:0,8	1,0+1,5	
	1.3	H-760°C/woda			15	0,4+0,5	1,5+2	
	2,1	H-900 ⁰ C/woda			12 .	0,3÷0,5	1,5-2	
N12 2.	2.2	H-900 ⁰ C/woda 0-300 ⁰ C/1 h	elektro- B lityczne	B	15	0,4+0,5	1+1,5	
	2.3	H-900 [°] C/woda 0-600 [°] C/1 h		25	0,8+0,9	0,5+1		
	3.1	H-840°C/olej	State of		15	0.4:0.5	1 - 2'	
ZOHNM	3.2	H-840 [°] C/olej 0-300 [°] C/1 h	elektro- lityczne	в	20	0,7+0,8	1-1,5	
ZURINA	3.3	H-840°C/olej 0-600°C/1 h			25	0,9+1,0	0,5+1	

1	2	3	4	5	6	7	8	9		
	4.1	H-850°C/olej		5.3.3	15	0,4+0,5	1 = 2	·		
35HM	4.2	H-850 ⁰ C/olej 0-300 ⁰ C/1 h	elektro- lityczne	elektro- lityczne B		0,7+0,8	1+1,5			
	4.3	H-850°C/olej 0-600°C/1 h			25	0,9+1,0	0,5+1			
	5.1	HI-350°C/2"			-	-	-	nie oddzielono		
4052	5.2	HI-350°C/10"	chemiczne	A	-	1	ok.25	Oddz.Chem.		
	5.3	HI-350°C/2	tyczne	В	- (-	-	nie oddzielono		
	6.1	H-900°C/woda			12-15	0,4+0,5	3 - 5			
H032	6.2	H-900°C/woda 0-300°C/1 h	elektro- lityczne	elektro- lityczne	elektro- lityczne	В	15	0,5+0,6	3 - 5"	
1952	6.3	H-900 [°] C/woda 0-500 [°] C/1 h				lityczne		20	0,7	3 - 4
	6.4	H-900 [°] C/woda 0-700 [°] C/1 h			25	0,8	2 - 3			

~

Preparatyka replik węglowych

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Selling and	7.1	H-1050°C/olej			12-15	0.4+0.5	2+3	
	7.2	H-1050 [°] C/olej 0-300 [°] C/1 h			15	0,5+0,6	3-5	
H1052M	7.3	H-1050 [°] C/olej 0-500 [°] C/1 h	elektro- lityczne	В	20	0,7	3-4	
	7.4	H-1050 [°] C/olej 0-700 [°] C/ 1 h			25	0,9	2-3'	

- $A = 1 \text{ cm}^3 \text{ HCl} + 2 \text{ cm}^3 \text{ HNO}_3 + 13 \text{ cm}^3 \text{ H}_20;$
- B 10% HC1 + 90% H₂0;
- H hartowanie;
- 0 odpuszczanie;
- HI- hartowanie izotermiczne.

4. DYSKUSYJNE OMÓWIENIE PRZEPROWADZONYCH BADAŃ

Badania wykazały, że na otrzymanie repliki wiernie odwzorowującej badaną strukturę wpływa szereg czynników. Otrzymanie kontrastowego i nie zniekształconego obrazu struktury zależy głównie od przygotowania i trawienia zgładów. Najlepsze wyniki otrzymuje się przez polerowanie zgładów na pastach diamentowych, gdyż w tym przypadku unika się występującego przy innych sposobach tzw. przepolerowania, polegającego na wystąpieniu na powierzchni zgładu niewielkiego refiefu, obniżającego wierność odwzorowywania. Występuje on szczególnie przy polerowaniu próbek o strukturze niejednorodnej, o różnych własnościach poszczególnych faz, a przede wszystkim twardości.

Dominujący wpływ na jakość odwzorowania posiada trawienie zgładów. Odczynnik trawiący winien selektywnie ujawniać strukturę poszczególnych faz stopu. Obserwuje się to na rys.5 i 6, przedstawiających strukturę stali 40S2 hartowanej izotermicznie, gdzie widoczna jest zarówno płytkowa budowa igieł bainitu jak i struktura osnowy martenzytycznej. Podobnie na rys.7, przedstawiającym strukturę stali 35 hartowanej z temperatury właściwej, powyżej A widoczny jest

martenzyt wykazujący miejscami wyraźnie wykształcone igły oraz hartowanej niezupełnie z zakresu temperatur A - A - A - 3

gdzie widoczny jest martenzyt oraz ferryt (rys.8). ' Kontrast obrazu zależy od głębokości reliefu powierzchni zgładu, wywołanego czasem działania odczynnika. Mały relief zgładu nie pozwala na ujawnienie wyraźnych szczegółów struktury, mimo stosowania skomplikowanych metod preparowania replik.

Relief za głęboki wprowadza zniekształcenie struktury i utrudnia oddzielanie replik oraz osłabia ostrość obrazu przy dużych powiększeniach (rys.9). Stosowanie dłuższych czasów trawienia jest wskazane tylko przy otrzymywaniu replik ekstrakcyjnych, przydatnych do badania wielkości oraz identyfikacji metodą dyfrakcji elektronowej cząstek utwierdzonych w replice (rys.10 i 11).

Zdolność odwzorowania drobnych szczegółów struktury przy prawidłowym wytrawieniu zgładów zależy od grubości repliki. Lepsze wyniki na ogół uzyskuje się przy stosowaniu cienkich replik cieniowanych chromem, niż nie cieniowanych grubych replik węglowych. Cieniowanie, przez podwyższenie kontrastu obrazu ułatwia interpretację struktury. Widoczne jest to szczególnie na rys.5 i 6, przedstawiających tę samą strukturę martenzytyczno-bainityczną oraz na rys.8, przedstawiającym strukturę martenzytyczno-ferrytyczną. Jedynie w przypadku replik węglowych ekstrakcyjnych cieniowanie jest nie wskazane, gdyż ujawniając strukturę osnowy obniża kontrast drobnych cząstek utwierdzonych w replice oraz czyni je nieprzydatnymi do badań dyfrakcyjnych, ze względu na wystąpienie dodatkowych prążków interferencyjnych od warstwy cieniującej.

Kontrast obrazu oraz zdolność ujawniania drobnych szczegółów struktury zwiększa się przez zastosowanie replik platynowo-węglowych niecieniowanych. Widoczne jest to szczególnie wyraźnie na rys.12, przedstawiającym iglasto-płytkową strukturę martenzytyczną zahartowanej stali zaworowej H1OS2M Znaczne powiększenie mikrostruktury nie osłabiło kontrastu ani ostrości obrazu. Wskazuje to, że omawiane repliki należy stosować przede wszystkim do badania struktur wybitnie drobnoziarnistych oraz o znacznej dyspersji faz.

WNIOSKI

- Potwierdzono pełną przydatność replik węglowych do badań struktur stali węglowych i stopowych, ze względu na ich dużą zdolność ujawniania drobnych szczegółów struktury.
- Repliki węglowe stosować można z powodzeniem do badań procesów wydzielania, szczególnie kształtu, wielkości, rozmieszczenia oraz identyfikacji cząstek faz międzymetalicznych przyczepionych do replik, przez zastosowanie dyfrakcji elektronowej.
- 3. W badaniach struktury cieniowanie replik węglowych chromem zwiększa kontrast odwzorowanego obrazu struktury oraz ułatwia jego interpretację; cieniowanie replik ekstrakcyjnych jest niecelowe ponieważ wprowadza efekty wtórne.
- 4. Dla struktur wybitnie drobnoziarnistych oraz o znacznej dyspersji faz, celowym jest stosować repliki platynowowęglowe niecieniowane, które dzięki wyższemu od węglowych kontrastowi posiadają lepszą zdolność rozdzielczą.
- 5. Stwierdzono przydatność zarówno elektrolitycznego jak i chemicznego sposobu oddzielania replik, zależnie od struktury i składu chemicznego stali. Warunki oddzielania podano w tablicy 4.



			OPI	IS STRUKTUR					
ŝ		Obróbka			Pawiększi	enie \times			
Nr ry	Gatunek stali	cieplna stan	Rodzaj repliki	Struktura	elek- tronowe	calko- wite			
5	1000	HI-850°C/	HI-850°C/	HI-850°C/	HI-850°C/	węgłowa niecieniowana	W szarej nieco pomarszczonej osno-	10000	24000
6	4052	/woda	węglowa cieniowana chromem	bainitu o budowie płytkowej.	10000	24000			
7		H-850°C/ /woda	węglowa cieniowana chromem	Martenzyt z miejscami wyraźnie wykształconych igieł.	10000	24000			
8	35	H-760°C/ /woda	węglowa cieniowana chromem	Martenzyt o zaznaczonej budowie iglastej i ferryt — pola ciemniejsze (w środku rysunku).	10000	24000			
9	N 12	H-900°C/ /woda	platynowo- -węglowa niecieniowana	Martenzyt iglasty (obraz przeryso- wany, niewyraźny wskutek głębo- kiego reliefu).	12000	30000			
10	20 HNM	H-840°C/ /olej O-300°C/1h	węglowa ekstrakcyjna	Drobne wydzielenia węglików w układzie pomartenzytycznym.	10000	24000			
11	35 HM	H-850°C/ /olej O-600°C/1h	węglowa ekstrakcyjna	Wydzielenia węglików znacznej wiel- kości w układzie pomartenzytycz- nym.	10000	24000			
12	H10S2M	-H-1050°C/ /olej	platynowo- -węglowa niecieniowana	Martenzyt o budowie iglasto-płyt- kowej oraz większe węgliki wtór- ne — pola gładkie; pola ciemne — te same węgliki utwierdzone w re- plice.	12000	30000			

HI — hartowanie izotermiczne,

H — hartowanie,

0 — odpuszczanie

Tablica 5

LITERATURA

[1]	H.Koenig, Z.Phys., Nr 129, s.483, 1951.
[2]	D.E.Bradley, Brit. J. Appl. Phys., Nr 5, s.65,1954.
[3]	D.E.Bradley, Brit. J. Appl. Phys., Nr 12, s.27,1956.
[4]	A.Fukami, Rer. Univers. Min., Nr 99, s.476, 1956.
[5]	F.Wijk, Rer. Univers. Min., Nr 99, s.555, 1956.
[6]	E.W.Panczenko i współpr., Łaboratorija mietałłografii, Moskwa, 1958.
[7]	F.Staub, J.Tymowski, Zesz. Nauk. Pol. Śl., Mechanika 5, 1958.
[8]	F.Staub, J.Adamczyk, Zesz. Nauk. Pol. Śl., Mechanika 7, 1960.
[9]	M.Knoch, H.Koenig, Z. Wiss. Mikr., Nr 63, s.121, 1956.
[10]	D.E.Bradley, Nature, Nr 181, s.875, 1958.
[11]	H.Grothe i współpr., Tag Dtsch. Gesellsch. Elektronen- mikr., Freiburg, 1959.
[12]	H.Gadacz, L.Reimer, Naturwiss., Nr 47, s.104, 1960.
[13]	L.Reimer, H.Gadacz, The Procedings of the European Re- gional Conference on Electron Microscopy, Delft, 1960.
[14]	A.N.Piljankiewicz, Praktika elektronnoj mikroskopii, Moskwa - Kijew, 1961.
[15]	G.Thomas, Transmission Electron Microscopy of Metals, J.Wiley, New York - London, 1962.

ē

ПРЕПАРИРОВАНИЕ УГЛЕРОДНЫХ РЕПЛИК

Проведено опыты для получения углеродных реплик с большой разрешающей способностью. Обсуждено способы заострения графитных электрод и методы одновременного испарения платины и углерода.

Определено оптимальные режимы отделения углеродных и платино-углеродных реплик от поверхности металлографических шлифов из углеродистых и легированных сталей подвергнутых термической обработке.

Констатировано большую пригодность 10 % водянного раствора HCl для электролитического отделения реплик и реактива о составе: 1 см³ HCl + 2 см³ HNO₃ + 13 см³ H₂O для химического отделения реплик.

PRÄPARATIONSTECHNIK DER KOHLENSTOFFABDRÜCKE

Es wurden Untersuchungen bei der Herstellung von Kohlenstoffabdrücken von grossen Auflösungsvermögen durchgeführt.

Verfahren beim Anspitzen der Graphitelektroden zum gleichzeitigen Aufdampfen von Kohlenstoff und Platin wurde beschrieben. Die Parameter für die Ablösung der Abdrücke bei Kohlenstoff — und legiertem Stahl auch nach Wärmebehandlung wurden festgelegt.