ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ

Nr 70 Mechanika z.16 1962

FRYDERYK STAUB, JERZY GUBAŁA

Katedra Metaloznawstwa

WSPÓŁCZESNE METODY BADAŃ W METALOGRAFII

WSTĘP

Dynamiczny rozwój przemysłu metalowego wymaga między innymi unowocześnienia metod badawczych, w tym także z zakresu metalografii. Pomimo wprowadzenia wielu często bardzo precyzyjnych metod, podstawowym urządzeniem pozostał mikroskop optyczny, udoskonalony w zakresie obserwacji przy równoczesnym postępie w preparatyce zgładów.

Początkowo wydawało się, że zbudowanie mikroskopu o maksymalnej, uzasadnionej teoretycznie zdolności rozdzielczej kładzie kres twórczym udoskonaleniom w zakresie mikroskopii. Jednak okazało się, że w badaniach metalograficznych zdolność rozdzielcza mikroskopu nie jest jedynym czynnikiem decydującym o ilości zarejestrowanych szczegółów. Ujawnienie danego szczegółu znajdującego się w zakresie zdolności rozdzielczej wymaga, by spowodował on określone zmiany w naturze odbitego światła. Przy obserwacji w polu jasnym lub ciemnym można rozróżnić tylko takie dwa szczegóły, które mają różne współczynniki odbicia, rozproszenia lub absorbcji światła. Wprowadzenie światła spolaryzowanego, kontrastu fazowego oraz kontrastu Nomarskiego pozwoliło ujawnić dodatkowe szczegóły, różniące się oddziaływaniem na promień spolaryzowany bądź też wywołujące różnicę faz w odbitym świetle.

Właściwe wykorzystanie tych metod wymaga jednak nadzwyczaj starannego przygotowania powierzchni zgładu. Kosztem dużego nakładu czasu można osiągnąć niezłe wyniki przez zastosowanie metod konwencjonalnych, jednak w całym szeregu przypadków przeprowadzenie badań metalograficznych możliwe jest tylko przy zastosowaniu nowoczesnej aparatury i nowoczesnych metod. Należy zaznaczyć, że metody te nie wypierają ani nie zastępują całkowicie polerowania mechanicznego lub elektrolitycznego a tylko stanowią ich uzupełnienie. Są doskonalsze, gdyż umożliwiają otrzymanie powierzchni niemal całkowicie wolnych od rys w stosunkowo krótkim czasie a także pozwalają na znaczne osłabienie tzw. efektu Beilby'ego.

Nowe metody badań

Badania w świetle spolaryzowanym

Metoda światła spolaryzowanego polega na obserwacji zgładu w świetle liniowo spolaryzowanym, co jak wiadomo uzyskuje się przez włączenie w bieg promieni polaryzatora (przed obiektywem) i analizatora (za obiektywem). Metoda nadaje się głównie do odróżniania ziarn faz anizotropowych (skręcających płaszczyznę polaryzacji i powodujących ich rozjaśnienie lub zabarwienie) od izotropowych optycznie. Jest użyteczna np. przy badaniu wtrąceń, a w niektórych przypadkach można również badać stan naprężeń w ziarnach, gdy wzrost ich powoduje zmianę własności optycznych składników strukturalnych.

Mimo, że światło spolaryzowane jest stosunkowo dawno stosowane w metalografii i umożliwia ujawnienie wielu charakterystycznych własności struktury, nie znalazło szerszego zastosowania, a to z następujących przyczyn:

- wyniki metody zależą w znacznej mierze od stanu powierzchni zgładu - rysy, pory lub nadtrawienie uniemożliwiają jej stosowanie;
- metoda przydatna jest głównie w metalografii metali nieżelaznych (tam bowiem występuje znaczna ilość faz anizotropowych), jednak dobre wypolerowanie mechaniczne zgładów jest tutaj bardzo trudne;
- dla przedstawienia wyników badań niezbędna jest fotografia barwna co stanowi dodatkowe ograniczenie metody.

Metoda kontrastu fazowego

Metoda kontrastu fazowego stosowana jest w metalografii od 1948 r. Dużym udogodnieniem była tu konstrukcja Reichertа, gdzie przez wbudowanie dodatkowego układu soczewek uniknięto konieczności stosowania specjalnych obiektywów z wbudowaną płytką fazową. Istota metody polega na zamianie nieznacznych różnic w fazie na wyraźnie widoczne różnice intensywności odbitego światła. Czułość metody jest bardzo duża, gdyż jak stwierdzono można wykrywać przy jej pomocy szczegóły zgładu o różnicach w wysokości 100Å i mniej. Nadaje się ona zarówno do badań zgładów trawionych, jak i tylko polerowanych. Przykładem zastosowania może być wykrywanie drobnych cząstek faz o znacznej twardości - np. węglików na zgładach polerowanych lub trawionych gdy trawienie ich nie ujawnia, badania struktury wewnętrznej ziarn, struk-

tur hartowania i odpuszczania stali wysokostopowych oraz struktur po deformacji plastycznej. Możliwość oglądania struktury bez uprzedniego trawienia eliminuje dodatkowe niekiedy niepożądane efekty wtórne.

Kontrast Nomarskiego

Inny sposób otrzymywania obrazu plastycznego (kontrastu), opracowany przez Nomarskiego, polega na zastosowaniu dwójłomnej płytki Wollastona, zbudowanej z dwu pryzmatów posiadających własność polaryzowania promienia świetlnego.

Jeżeli promień odbity od powierzchni zgładu przechodzi przez płytkę Wollastona a następnie przez skupiający układ optyczny (obiektyw), to otrzymuje się dwa obrazy przedmiotu przesunięte względem siebie o pewną wielkość. Przy odpowiednim doborze przesunięcia obrazu oraz dodatkowym włączeniu filtrów polaryzujących (polaroidów), można uzyskać na skutek interferencji wzmocnienie jednych i wygaszenie drugich promieni, przez co otrzymuje się obraz plastyczny.

Obraz taki wyraźnie uwypukla wyniosłości i zagłębienia w powierzchni zgładu, przez co ułatwia wyróżnianie poszczególnych faz struktury, nie ulegających odczynnikowi trawiącemu, względnie trawiących się jednobarwnie. W tych przypadkach można także uzyskać obraz barwny przez skręcenie polaroidów, a poszczególne fazy zabarwiają się na różne kolory. Urządzenie jest tak czułe, że tą ostatnią metodą można wyróżnić jakościowo orientację krystalograficzną w poszczególnych ziarnach tej samej fazy.

Badania w temperaturach podwyższonych

Odrębne zagadnienie w metalografii stanowią badania mikroskopowe w temperaturach podwyższonych. Jakkolwiek są one znane od lat trzydziestych, dopiero ostatnio udało się pomyślnie rozwiązać szereg trudności technicznych związanych z obserwacją struktury w wysokich temperaturach.

W urządzeniu "Vacutherm" firmy Reichert w komorze grzewczej uzyskać można próżnię lepszą od 10^{-4} mm Hg, co praktycznie całkowicie zabezpiecza powierzchnię zgładu przed utlenieniem. Ponieważ urządzenie umożliwia badania zmian strukturalnych w temperaturze do 1600°C, oddzielono komorę grzewczą od obiektywu płytką kwarcową, co zapobiega zanieczyszczaniu obiektywu parami metali.

"Vacutherm" umożliwia obserwację przemian alotropowych i fazowych metali i stopów, procesu rekrystalizacji metali zgniecionych, rozrostu ziarna, topnienia i krzepnięcia me-

tali itp. Urządzenie umożliwia także ciągłą rejestrację zjawisk na taśmie filmowej.

Badania materiałów radioaktywnych

Prowadzone ostatnio badania nad wpływem promieniowania izotopów radioaktywnych na strukturę i własności metali narzuciły konieczność skonstruowania mikroskopu umożliwiającego przeprowadzenie odpowiednich badań metalograficznych.

Mikroskop "Telatom" zbudowany przez firmę Reichert służy do obserwacji próbek metali i stopów radioaktywnych. Ochronę przed promieniowaniem zapewnia obudowa ołowiana oraz urządzenie umożliwiające zdalne wykonywanie czynności manipulacyjnych, związanych z założeniem preparatu, przesuwem i obrotem stolika, zmianą powiększenia, przesłony pola widzenia, przesłony apertury, obserwacją w polu jasnym lub ciemnym, świetle spolaryzowanym itp. Optyka mikroskopu wykonana jest ze szkła odpornego na promieniowanie. Mikroskop wyposażony jest w 6 obiektywów oraz mikrotwardościomierz, które umieszczone są we wspólnym uchwycie.

W celu umożliwienia obserwacji plutonu lub preparatów zawierających pluton, mikroskop wyposażono dodatkowo w małą komorę podciśnieniową wykonaną z plexiglasu, wewnątrz której umieszcza się preparat. Komora ta zabezpiecza obserwatora przed działaniem pyłu radioaktywnego.

N o w e m e t o d y p r e p a r a t y k i

Szlifowanie na mokro

Stosowane dotychczas szlifowanie zgładów na papierach ściernych zastąpiono "szlifowaniem na mokro". Próbki szlifowane są tutaj na papierach karborundowych, wodoodpornych o zmiennej gradacji ziarna. Próbka omywana jest strumieniem wody, która z jednej strony działa jako środek smarujący, z drugiej - unosi do zbiornika produkty ścierania. W wyniku badań przeprowadzonych w laboratorium firmy Struers stwierdzono, że przy zastosowaniu tej metody grubość warstwy Beilbyego wydatnie maleje (w porównaniu ze szlifowaniem suchym), i co ciekawsze grubość ta nie zależy od wielkości nacisku.

W celu otrzymania w najkrótszym czasie powierzchni wolnej od rys i deformacji warstwy przypowierzchniowej, szlifowanie należy przeprowadzać na papierach używanych przy możliwie dużym docisku próbki. Ponadto czas obróbki na każdym papierze winien być dwukrotnie dłuższy od koniecznego do

całkowitego usunięcia rys powstałych podczas szlifowania na poprzednim papierze.

Metoda DP

W większości przypadków czasochłonne polerowanie mechaniczne na suknie zwilżanym tlenkiem glinu zastąpiono polerowaniem elektrolitycznym. Posiada ono szereg zalet, nie jest jednak metodą uniwersalną, ponieważ zastosowane do niektórych materiałów - np. żeliwo, niektóre stopy Al - nie daje zadowalających wyników. Także w przypadku konieczności wykonania dużych zgładów polerowanie elektrolityczne jest nieprzydatne.

W wymienionych przykładach metodę elektrolityczną doskonale uzupełnia i zastępuje polerowanie metodą DP (Diamond Polishing). Metoda DP nie różni się w zasadzie od polerowania metodą mechaniczną, zmieniono bowiem tylko medium polerujące oraz odpowiednio spreparowane sukno. Do polerowania używa się tutaj pasty diamentowej, wyrabianej ze specjalnie frakcjonowanego proszku diamentowego, co zapewnia wysoką jednorodność produktu i nadaje paście specjalną przydatność do preparatyki metalograficznej. Pasta wyrabiana jest w trzech gradacjach - zgrubnej, średniej oraz drobnej.

Gradację zgrubną stosuje się do polerowania wstępnego stali i stopów twardych oraz do operacji poprzedzającej polerowanie elektrolityczne. Gradację średnią stosuje się do polerowania ostatecznego stali, żeliwa, siluminów, itp., zaś drobną do celów specjalnych, także do polerowania metali i stopów miękkich.

Poza wymienionymi pastami specjalnymi stosuje się niekiedy zwyczajne pasty diamentowe. Używa się ich do operacji poprzedzających właściwe polerowanie w tych przypadkach, gdy przeskok od szlifowania na papierach ściernych do polerowania metodą DP jest zbyt wielki. Metoda ta jest oszczędna, gdyż normalne zużycie pasty diamentowej nie przekracza dwóch cm^3/1000 zgładów.

Stosowanie past diamentowych do polerowania zgładów przy użyciu zwykłego sukna jest niecelowe. Pasta diamentowa wnika łatwo w sukno i praktycznie nie bierze udziału w polerowaniu, co zwiększa jej zużycie i znacznie podnosi koszt zabiegu. Zaistniała więc konieczność dobrania właściwego rodzaju sukna i odpowiedniego spreparowania tarczy. Sukno używane do polerowania metodą DP składa się z trzech warstw: miękkiej warstwy dolnej, stykającej się z tarczą obrotową, warstwy środkowej uniemożliwiającej wnikanie pasty w głąb

oraz warstwy zewnętrznej, polerującej. Ponieważ diament nie zmienia swych własności skrawających przez długi okres czasu, w metodzie DP zastosowano nadzwyczaj trwałe sukno. Można je regenerować, rozpuszczając w kwasach cząstki metali starte podczas polerowania zgładu. Wyrabiane są dwie odmiany tarcz sukiennych - DUR, do polerowania materiałów twardych, oraz MOL - do materiałów miękkich.

W tablicy podano przykładowo czas polerowania zgładów o powierzchni 2 cm^2 metodą DP.

Stellit itp.	1 min
Stal szybkotnąca	2 min
Stal na łożyska kulkowe hartowana	2 min
Stal nierdzewna	3 min
Stal niskowęglowa	3 min
Żeliwo sferoidalne	4 min
Silumin itp.	3 min
Brąz	3 min

Metoda Reinachera

Polerowanie elektrolityczne stopów wielofazowych daje na ogół niezadowalające wyniki. Powstałe lokalne ogniwa galwaniczne naruszają równowagę polerowania i zależnie od różnicy potencjałów powodują mniej lub bardziej intensywne rozpuszczanie jednej z faz. (np. Si w stopach aluminium - krzem). Z drugiej strony, zastosowanie tutaj polerowania mechanicznego wprowadza niekorzystne zniekształcenie warstwy przypowierzchniowej, szczególnie w przypadku metali miękkich.

Wady obu wymienionych metod można wyeliminować przez zastosowanie polerowania metodą Reinachera. Zasada metody jest następująca: tarcza polerska, połączona z ujemnym zaciskiem źródła prądu obraca się w naczyniu wypełnionym elektrolitem, podczas gdy zgład zamocowany jest w uchwycie metalowym, połączonym z biegunem dodatnim. Do elektrolitu dodaje się odpowiednie środki polerujące.

Metoda Reinachera daje dobre wyniki w przypadku polerowania jedno- lub wielofazowych stopów złota, srebra, platyny i miedzi. Można ją stosować z powodzeniem do metali twardych wolframu, molibdenu, renu itp., przy zastosowaniu zmiany biegunowości prądu stałego co ok. 1,5 sek.

Polerka elektrolityczna firmy Zeiss

Jedną z wad polerowania elektrolitycznego jest uciążliwy dobór parametrów prądowych oraz czasu zabiegu. W przypadku zbyt krótkiego czasu polerowania, na zgładzie pozostaną rysy powstałe podczas szlifowania na papierach ściernych. Odwrotnie, przedłużenie czasu zabiegu może być przyczyną powstawania wżerów, obserwowanych np. w stali w miejscach występowania wtrąceń niemetalicznych, cementytu trzeciorzędowego itp. Ustalenie właściwego czasu wymaga wielu prób i przy małej ilości zgładów często zniechęca do zastosowania polerowania elektrolitycznego. Stąd stosuje się je jako ostateczność, jeżeli inne metody zawodzą.

Urządzenie Elypovist wyprodukowane przez firmę Zeiss posiada wbudowany mikroskop, który umożliwia obserwację powierzchni zgładu w trakcie polerowania. Ułatwia to przeprowadzenie zabiegu w każdym indywidualnym przypadku, gdyż ustalenie parametrów ogranicza się do doboru z tablic odpowiedniego elektrolitu i parametrów prądowych przy kontroli wzrokowej zmian powierzchni zgładu podczas polerowania.

Przedstawione metody badań metalograficznych oraz preparatyki nie wyczerpują oczywiście całości zagadnienia z uwagi na to, że istnieje cały szereg metod lokalnych, często nieopublikowanych. Należy się spodziewać, że dalszy ich rozwój utrzyma się na dotychczasowym poziomie.

LITERATURA

[1] F.Staub, E.Olewicz - Mikroskop metalograficzny, PWT - Warszawa 1956.

[2] Materiały informacyjne firm Reichert,Zeiss, Struers, Leitz.