Mechanika z.16

Nr 70

1962

JERZY EYSYMONTT Instytut Metalurgii Żelaza

BADANIE PRZEŁOMÓW ZA POMOCĄ MIKROSKOPU ELEKTRONOWEGO

<u>Streszczenie</u>; Przegląd piśmiennictwa. Opis zastosowanych metod wykonywania replik do badania przełomów próbek stalowych. Przykłady typowych przełomów transkrystalicznych ciągliwych i rozdzielczych, przełomów międzyziarnistych oraz przełomów występujących na próbkach ze stali szybkotnącej. Wnioski.

1. Wstep

Mikroskopowe badania przełomów zapoczątkowane zostały dopiero przed kilkunastu laty przez Zappfe'go, przy pomocy mikroskopu świetlnego. Badania te mogły doprowadzić jedynie do skromnych rezultatów, ze względu na niedostateczną, do obserwacji nierówności przełomu, głębię ostrości mikroskopu świetlnego. Dalszym krokiem w zakresie badania przełomów było zastosowanie mikroskopu elektronowego wykazującego, w porównaniu z mikroskopem świetlnym, około 1000 razy większą głębię ostrości. Dotychczasowe wyniki badań wykazały dużą przydatność metody oraz konieczność jej dalszego rozwijania, celem zdobycia umiejętności analizowania i interpretowania wyglądu każdego przełomu.

Zasadniczym celem niniejszej pracy było opanowanie trudnych metod wykonywania replik z przełomów, oraz przeprowadzenie prób interpretacji obrazów otrzymanych w mikroskopie elektronowym.

2. Przegląd piśmiennictwa

Literatura techniczna ostatnich lat zawiera stosunkowo dużo publikacji, dotyczących badania przekomów ciał metalicznych i niemetalicznych przy pomocy mikroskopu elektronowego, eraz różnych metod otrzymywania replik odwzorowujących strukturę przełomu. Niniejszy krótki przegląd literatury dotyczy jedynie metod preparatyki oraz prób klasyfikacji przełomów na podstawie ich obrazu w mikroskopie elektronowym.

Stosowane do badania przekomów metody wykonywania replik można podzielić na dwie zasadnicze grupy: metody pośrednie (matrycowe) i metody bezpośrednie. Metody pośrednie (matrycowe) polegają na zdjęciu z badanego przekomu matrycy, utworzeniu na niej repliki przez napylanie i rozpuszczeniu matrycy. Repliki takie stosują O.Werner i I.Hunger [1] W.Schatt i D.Schulze [2] A.M.Piliankiewicz [3] H.A.Bendler i W.A.Wood [4] A.Phillips i G.V.Bennet [5] i N.A.Tiner [6]. Metody bezpośrednie natomiast polegają na utworzeniu wprost na powierzchni przekomu napylanej repliki węglowej i zdjęciu jej przez elektrolityczne lub chemiczne rozpuszczenie metalu pod repliką. Tego rodzaju repliki stosowane są przez zespół C.Crussarda [7, 8, 9, 10], W.Pitscha [11], oraz W.Diensta [12].

Oceniając ogólnie dotychczas opublikowane metody wykonywania replik do badania przekomów należy stwierdzić, że mimo pewnych krytycznych ocen metod matrycowych [13], podawane w literaturze zdjęcia dowodzą, że odwzorowanie powierzchni jest ogólnie biorąc - dobre, a jedynie w pewnych skrajnych przypadkach miejscowo zniekształcone. Wady tej nie wykazują repliki bezpośrednie, które jednak nie pozwalają na wielokrotne wykonywanie repliki z tego samego przekomu, którego powierzchnia zostaje zniszczona w czasie elektrolitycznego lub chemicznego zdejmowania repliki. Oprócz tego preparatyka replik bezpośrednich jest trudniejsza, a oczyszczanie repliki z osadu po zdjęciu z przekomu, szczególnie metodą chemiczną, długotrwałe.

W większości publikacji dotyczących badania przełomów za pomocą mikroskopu elektronowego podawany jest następujący podział rodzajów pękania materiałów:

Pęknięcie

transkrystaliczne międzykrystaliczne rozdzielcze ciągliwe (lub międzyziarniste)

Różnica między pęknięciem transkrystalicznym, a międzykrystalicznym jest oczywista, natomiast pozostałe określenia wymagają bliższego zdefiniowania. Opierając się na pracy W.Diensta [12], uwzględniającej większość badań przeprowadzonych poprzednio w tym zakresie, można przyjąć następujące cechy charakterystyczne poszczególnych sposobów pękania:

a) pekniecie rozdzielcze

Istotą mechanizmu powstawania pęknięcia rozdzielczego jest rozdział ziarn wzdłuż płaszczyzn krystalograficznych. Pęknięcie rozdzielcze rozprzestrzenia się w jednym ziarnie nie po jednej płaszczyźnie rozdziału, lecz wykazuje na obrazie mikroskopowym system nieregularnie przebiegających, częściowo silnie rozgałęzionych schodków, które można przyjąć jako przejście między równoległymi płaszczyznami krystalograficznymi.

Obok schodków występuje w przełomach rozdzielczych jeszcze inny szczegół charakterystyczny, a mianowicie ostre, drobne wzniesienia lub zagłębienia tzw. "języczki", ograniczone z jednej strony płaszczyzną, której ślad jest wyraźnie zorientowany w płaszczyźnie rozdziału.

b) pekniecie ciagliwe

Powierzchnia przekomu ciągliwego składa się z szeregu gładkich lub lekko pofalowanych zagłębień oddzielonych od siebie stosunkowo niskim ściankami, często parabolicznymi. Na dnie zagłębienia znajduje się przeważnie wydzielenie lub wtrącenie. Przy silnym odkształceniu poprzedzającym pęknięcie ciągliwe, dyslokacje spiętrzają się na tkwiących w osnowie wydzieleniach lub wtrąceniach. Narastające przez to naprężenia powodują powstawanie mikropęknięć, które rozprzestrzeniają się przed frontem pęknięcia, a w końcu łączą się przez rozdarcie dzielących je ścianek.

3. Badania własne

3.1. Materiał i metodyka badań

Do badań wykorzystano próbki pochodzące z poprzednio prowadzonych prac badawczych. Skład chemiczny użytych gatunków stali podaje tablica 1, a obróbkę cieplną poszczególnych próbek tablica 2.

Tablica 1

Skład chemiczny badanych stali

Gatunek stali	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	W	v	Inne
SW18	0,77	0,42	0,21	0,027	0,020	4,60	-	18,79	1,55	Mo 0.26
10H2H	0,10	0,43	0,36	0,018	0,021	2,25	0,03	-	-	Mo 0.88
1H17N4G8	0,082	8,00	0,64	0,013	0,009	17,57	4,70	-	-	N 0,14

Jerzy Eysymontt

28

Badanie przeżomów za pomocą mikroskopu elektronowego 29

Tablica 2

Warunki obróbki cieplnej próbek

Gatunek stali	Oznacze- nie próbki	Obróbka cieplna		
	М	Wyżarzanie przy 800 ⁰ C, przez 5 godzin, chłodzenie z piecem		
SW18	H	austenityzowanie przy 1250 ⁰ C, przez 20 min., hartowanie w oleju		
	0	hartowanie jak próbki H, a następnie odpuszczanie przy 600°C, przez 2 godz. ochłodzenie w wodzie		
10H2M	AiB.	normalizowanie przy 800°C, przez 15 min/pow., wyżarzanie przy 740°C, przez 30 min/pow.		
1H17N4G8	C	przesycanie przy 1040°C, przez 30 min. wyżarzanie uczulające przy 650°C przez 60 min.		

Z wszystkich próbek wykonano dla celów porównawczych repliki węglowe matrycowe i bezpośrednie oraz repliki chromowe. Repliki matrycowe wykonywano w sposób następujący: powierzchnię przełomu polewano rozcieńczonym lakierem caponowym, a następnie kilkakrotnie lakierem caponowym o stężeniu firmowym. Po wyschnięciu lakieru zrywano go z powierzchni przełomu na sucho. Tak utworzoną matrycę umieszczano w komorze napylarki i napylano węglem lub chromem w następujących warunkach:

 a) napylanie węglem metodą Bradleya:
 odległość preparatu od źródła napylania (miejsca styku pręcików węglowych) około 6-7 cm; czas napylania 1-2 sek.; moc w chwili napylania ok.600 watów.

 b) napylanie chromem odległość preparatu od źródła parowania (spirali wolframowej wypełnionej chromem) około 25 cm; moc w czasie napylania około 200 watów; czas napylania około 40-60 sek. Po napylaniu wzmacniano replikę żelatyną. Następnie rozpuszczano matrycę w octanie amylowym, w ciągu 12-20 godzin. Po rozpuszczeniu matrycy płukano replikę w kilkakrotnie zmienianej gorącej wodzie destylowanej celem oczyszczenia repliki i rozpuszczenia warstwy żelatyny. Po całkowitym wyschnięciu repliki na siateczkach nośnych, można ją było obserwować w mikroskopie elektronowym.

Repliki węglowe bezpośrednie otrzymywane przez napylanie węglem metodą Bradleya wprost powierzchni przełomu. Istotną sprawą przy tej metodzie było zdjęcie bezpośredniej repliki węglowej z bardzo postrzępionej powierzchni przełomu. Zdejmowanie to przeprowadzano elektrolitycznie w 10% roztworze HNO₂ w alkoholu etylowym, przy napięciu około 24V i gęstości prądu ok.2A/cm². Czas zdejmowania wynosił od 30 do 60 sek. w zależności od materiału próbki.

Napylanie próbek i matryc wykonywano w napylarkach: typ 6 ES f-my Edwards (Anglia) oraz typ JEE-38 f-my Japan Electron Optics Laboratory (Japonia).

Obserwacje i zdjęcia wykonywano w mikroskopie elektronowym typu BS 242 A f-my Tesla (CSRS).

3.2. Wyniki badań

Podany poprzednio dobór materiałów i ich obróbki cieplnej oraz dobór temperatury Łamania próbek umożliwił uzyskanie zarówno pęknięć transkrystalicznych (rozdzielczych i ciągliwych) jak i pęknięć międzykrystalicznych.

Porównanie przełomu transkrystalicznego ciągliwego i rozdzielczego przedstawiają rys.1 i 2. Obie próbki wykonane zostały ze stali 10H2M i były jednakowo obrobione cieplnie. Pierwsza z nich łamana w temperaturze otoczenia posiada przełom typowo ciągliwy (rys.1), druga natomiast łamana przy temperaturze - 72°C, wykazuje przełom typowo rozdzielczy (rys.2). Udarność pierwszej próbki wynosiła 27,7 kGm/cm², a drugiej - 14,2 kGm/cm².

Przełom międzyziarnisty otrzymano na próbce ze stali 1H17N4G8 łamanej przy temperaturze - 196°C (rys.3). Porównanie wpływu obróbki cieplnej na wygląd przełomu

Porównanie wpływu obróbki cieplnej na wygląd przełomu przeprowadzono na próbkach ze stali SW18 wyżarzanej, hartowanej i odpuszczanej. Wygląd przełomów tych próbek odbiega od wyglądu typowych przełomów ciągliwych i rozdzielczych. Na przełomie próbki wyżarzanej (rys.4) przebieg powierzchni pęknięcia jest łagodniejszy niż na przełomach próbek hartowanej (rys.5) i odpuszczanej (rys.6), na których widoczne są krótkie ostre uskoki, charakterystyczne dla przełomu roz-



1



2





4

3





	OPIS RYSUNKÓW							
	Tempera-			Powiększenie X				
tura łamania próbki °C		Replika	Opis przełomu	elektro- nowe	całko- wite			
	otoczenia	węglowa matrycowa	Przełom transkrystaliczny ciągli- wy z wyraźnymi "łuskami"	3500	10000			
	— 72	chromowa matrycowa	Przełom rozdzielczy z charakte- rystycznymi uskokami i "języcz- kami".	3500	10000			
	196	chromowa matrycowa	Przełom międzyziarnisty; chro- powatość powierzchni ziarn spo- wodowana prawdopodobnie wy- dzieleniami węglików.	3500	10000			
	otoczenia	węglowa matrycowa	Charakter przełomu zbliżony do ciągliwego.	3500	10000			

Wyraźnie widoczne krótkie usko-ki występujące w przełomach rozdzielczych.

Krótkie uskoki podobnie jak w próbce hartowanej; widoczne bardzo drobne wydzielenia wę-glików.

3500

3500

10000

10000

SW18 hartowana węglowa matrycowa 5 otoczenia **SW18** hartowana węglowa matrycowa 6 otoczenia i odpuszczona 6

Nr rys.

1

2

3

4

Gatunek stali (stan)

10H2M

10H2M

1H17N4G8

SW18

wyżarzona

dzielczego. Różnica wyglądu przełomu próbki wyżarzanej od wyglądu przełomów próbek pozostałych jest jednak mniej wyraźna niż różnica wyglądu odpowiednich obrazów trawionych zgładów.

Jeżeli chodzi o ocenę metod wykonywania replik w zastosowaniu do badania przeżomów, to na podstawie przeprowadzonych prób można stwierdzić, że najdogodniejsze okazały się repliki matrycowe węglowe i chromowe.

4. Wnioski

1. Zastosowanie mikroskopu elektronowego do obserwacji przełomów pozwala na szczegółowe poznanie wyglądu przełomów, dzięki dużej głębi ostrości i wysokiej zdolności rozdzielczej mikroskopu tego typu.

2. Mikroskop elektronowy pozwala na wyraźne rozróżnienie typowych pęknięć transkrystalicznych ciągliwych i rozdzielczych, oraz pęknięć międzykrystalicznych. Występują jednak również przełomy bardziej złożone.

3. Repliki matrycowe węglowe i chromowe pozwalają na dostatecznie wierne odwzorowanie struktury przełomu, a ich otrzymanie jest mniej skomplikowane niż replik bezpośrednich.

LITERATURA

- [1] O.Werner, J.Hunger Arch. Eisenhüttenw. 27/1956)
 s.645.
- [2] W.Schatt, D.Schultze Silikat Techn. 8 (1957) s.524.
- [3] A.N. Piliankiewicz Zawod. Hab. 24 (1958) s.314.
- [4] H.A.Bendler, W.A.Wood Acta Metallurgica 8 (1960) s.402.
- [5] A.Phillips, G.V.Bennet Metal Progress 79 (1961) s.97.
- [6] N.A.Tiner ASTM Preprint 82 (1961).
- [7] C.Crussard, R.Borione, J.Plateau, Y.Morillon, F.Maratray - J.Iron Steel Inst. 183 (1956) s.146.
- [8] J.Plateau, G.Henry, C.Crussard Rev. univ. Mines 99 (1956) s.543.
- [9] J.Plateau, G.Henry, C.Crussard Rev. Metal. 54 (1957) s.200.
- [10] J.Plateau, G.Henry, C.Crussard Metaux, Corros., Industr. 33 (1958) s.141.
- [11] W.Pitsch Arch. Eisenhüttenw. 28 (1957) s.663.
- [12] W.Dienst Materialprüfung 2 (1960) s.382.
- [13] C.Nestler, W.Günther Arch. Eisenhüttenw. 30 (1959) s.161.