

Adam Gierek,  
Adolf Maciejny,  
Adam Hernas,  
Grzegorz Smółka

Instytut Inżynierii Materiałowej

BADANIA MIKROFRAKTOGRAFICZNE NA MIKROSKOPIE SKANINGOWYM  
METODĄ TRAWIENIA PRZEŁOMÓW

**Streszczenie.** Przedstawiono w zarysie możliwości badawcze mikroskopii skaningowej. Określono warunki trawienia przełomów do badań w mikroskopie skaningowym wybranych stopów żelaza. Potwierdzono możliwość uzyskania dla tego samego obszaru próbki danych odnośnie mechanizmu pęknięcia oraz szczegółów mikro- i substruktury. Wskazano na związek struktury z przebiegiem złomu oraz praktyczną przydatność zastosowanej techniki badań metalograficznych.

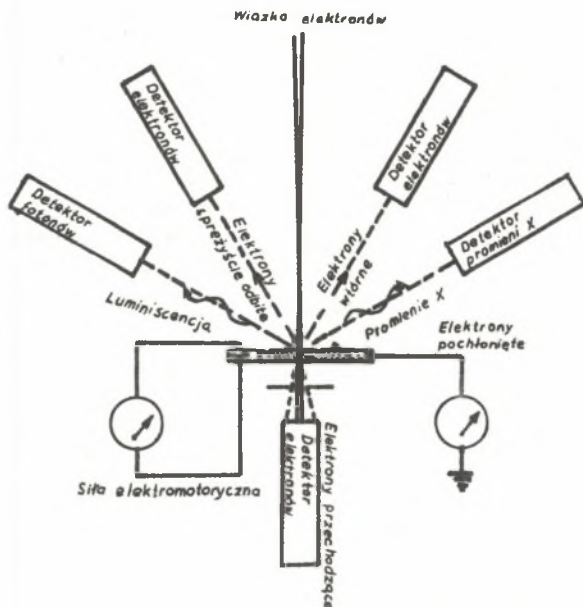
## 1. Wstęp

Pierwsze próby zbudowania mikroskopu, w którym wiązka elektronowa o małej średnicy analizuje w sposób liniowy kolejne mikroobszary badanego materiału i wywołuje szereg zjawisk fizycznych, w tym głównie emisję elektronów wtórnych - podjęto już ponad 30 lat temu [1, 2]. Wysiłki te doprowadziły do zbudowania w 1965 r. przez firmę Cambridge Instrument Company nowoczesnego mikroskopu analizującego [3], określanego w kraju potocznie jako "mikroskop skaningowy" (wg terminologii anglosaskiej). W okresie niepełna 10 lat rozwoju mikroskopia skaningowa zyskała ogromną popularność w badaniach ośiadał stałych. Metoda ta stanowi bowiem od dawna poszukiwane ogniwo pośrednie pomiędzy mikroskopią świetlną i wysokorozdzielczą mikroskopią elektronową transmisyjną, wykazując szereg unikalnych zalet, a mianowicie [4,5,6]:

- możliwość stosowania szerokiego zakresu powiększeń dla wybranego szczegółu obrazu - od 20 do 50 000x przy zdolności rozdzielczej osiągniętej w optymalnych warunkach ok. 50 Å;
- bardzo duża głębokość ostrości, od 300 do 500 razy większa od osiągniętej w mikroskopach świetlnych; przykładowo w mikroskopie JSM-2 przy powiększeniu 1000x głębokość ostrości wynosi ok. 35 μm;
- możliwość badania trójwymiarowych próbek masywnych najoczęściej o przekroju i wysokości rzędu kilkunastu mm lub większych, nie wymagających na ogół żadnej preparatyki poza ooczyszczeniem powierzchni lub utworzeniem przełomu; wyjątek stanowią próbki nie przewodzące prądu elektrycznego, które powinny być pokrywane w próżni warstwą metaliczną;

- "przestrzenność" obrazu powierzchni o znacznych nierównościach i jego ciągłość w całym zakresie powiększeń przy zachowaniu podobieństwa do obrazu obserwowanego okiem nieuzbrojonym (o ile to byłoby możliwe), co stwarza dużą łatwość interpretacji.

Próbka poddana badaniu w mikroskopie skaningowym, pobudzona pierwotną wiązką elektronów, stanowi źródło szeregu zjawisk fizycznych, z których najważniejsze to: emisja elektronów wtórnych, "odbicie" elektronów pierwotnych, które doznały zderzeń sprężystych, indukowanie przez wiązkę elektronów prądu w próbce, zjawiska luminescencji oraz promieniowania rentgenowskiego (rys. 1). Każde z tych zjawisk fizycznych stwarza odrębne, szerokie możliwości badawcze w zakresie mikroskopii skaningowej, wyznaczając kierunki nowych rozwiązań konstrukcyjnych i modernizacji stosowanych mikroskopów.



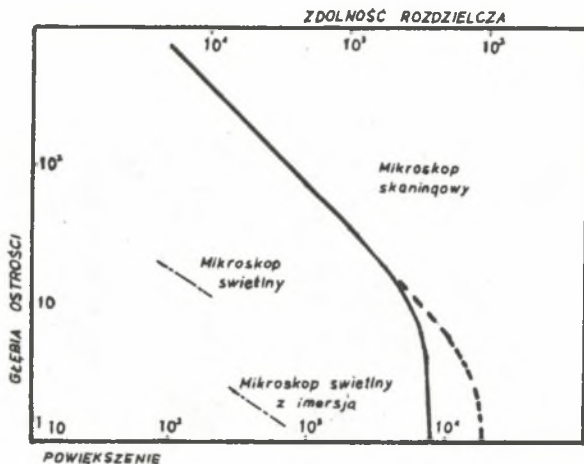
Rys. 1. Zjawiska fizyczne zachodzące w próbce pod działaniem skupionej wiązki elektronów [5]

Do głównych metod badawczych stosowanych obecnie w mikroskopii skaningowej można zaliczyć [1,2,5,6,7]:

- badanie ukształtowania powierzchni,
- badanie składu i struktury materiałów,
- badanie rozkładów potencjałów elektrycznych i magnetycznych na powierzchni,

- badania przewodnościowe,
- badania luminiscencyjne,
- mikroanaliza rentgenowska,
- wyznaczenie orientacji kryształów.

W odniesieniu do materiałów konstrukcyjnych mikroskopia skaningowa w obecnej fazie rozwoju sprowadza się głównie do badań ukształtowania (topografii) powierzchni, której obraz tworzy na ogół odpowiednio sterowana wiązka elektronów wtórnych; możliwe jest również wykorzystanie do tego celu odbitych elektronów pierwotnych. Jakość obrazu uzyskiwanego w mikroskopie skaningowym zależy od wielu czynników w tym głównie od zdolności rozdzielczej, głębi ostrości, kąta padania wiązki pierwotnej oraz warunków powstawania kontrastu.



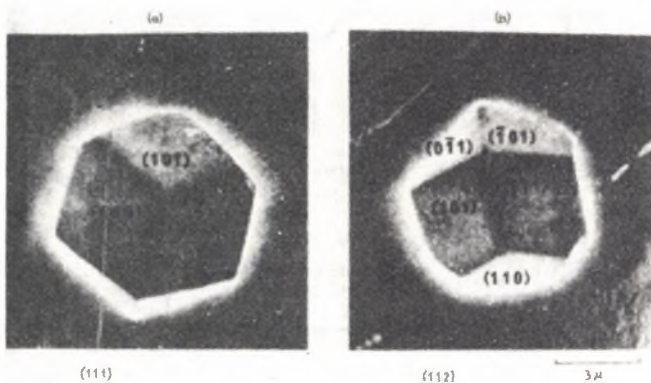
Rys. 2. Zależność pomiędzy powiększeniem, zdolnością rozdzielczą i głębokością ostrości [1]

Zależności zachodzące pomiędzy powiększeniem oraz zdolnością rozdzielczą i głębokością ostrości mikroskopu skaningowego przedstawia rys. 2. Zależności te wyznaczono przy założeniu, że zdolność rozdzielcza oka wynosi 0,2 mm. Krzywa ciągła na rys. 2 odpowiada mikroskopom o zdolności rozdzielczej 250 Å, natomiast odcinek krzywej przerywanej odnosi się do mikroskopów o zdolności rozdzielczej 100 Å.

Kontrast obrazu w mikroskopie elektronowym skaningowym zależy przede wszystkim od topografii powierzchni, a w szczególności nachylenia jej elementów względem kierunku pierwotnej wiązki elektronów. Wykorzystując do wytworzenia obrazu odbite elektrony pierwotne oraz stosując niskie wartości napięcia przyspieszającego rzędu ok. 1 kV można uzyskać dodatkowe efekty kontrastu wywołane różnicami składu chemicznego względnie fazowego. Ze

spadkiem napięcia przyspieszającego łączy się jednak obniżenie zdolności rozdzielczej, zależnej podobnie jak wielkość powiększenia od stopnia skupienia pierwotnej wiązki elektronów. Niektóre preparaty mogą wykazywać tzw. kontrast woltaiczny, związany z różnicami emisji elektronów wtórnych wywołanymi rozkładem potencjału na powierzchni próbki. Stosowane obecnie mikroskopy skaningowe dają efekty kontrastu obrazu już przy różnicach potencjału ok. 0,25 V [8,9].

Możliwości badawcze mikroskopii skaningowej znajdują swoje odbicie szczególnie w ogromnym postępie dokonanym w zakresie mikrofraktografii, wybiegającej już obecnie znacznie poza prostą klasyfikację postaci przełomów. Łatwość uzyskiwania powtarzalnych obrazów przełomów przy zróżnicowanych powiększeniach stwarza podstawy dla rozwoju fraktografii ilościowej. Zastosowanie w mikroskopie skaningowym stolika goniometrycznego umożliwia prowadzenie analizy mikrosteriograficznej przy użyciu prostych zdjęć tzw. "stereo-par" i w efekcie określenie różnic w wysokości szczegółów na powierzchni próbki [10].



Rys. 3. Orientacja krystalograficzna figur trawienia w strukturze ferrytycznej [12]

W ostatnich latach wskazano na nowe możliwości badawcze mikroskopu skaningowego przez zastosowanie trawienia próbek.

Szczególnie interesujące dane uzyskano metodą trawienia przełomów [11, 12]. Na podstawie analizy krystalograficznej figur trawienia (rys. 3) staje się możliwe określenie wpływu orientacji ziarn na przebieg pęknięcia, a w konsekwencji na postać przełomu [13]. Wiąże się to z zagadnieniem szerszym, a mianowicie wpływem struktury na mechanizm złomu, co stanowi istotę badań objętych tematem niniejszej pracy.

## 2. Badania własne

### 2.1. Cel i zakres badań

W pracy podjęto próbę określenia możliwości badawczych mikroskopii skaningowej przy zastosowaniu preparatów w postaci trawionych przełomów. Skoncentrowano się głównie na ujawnieniu oddziaływania struktury na zapoczątkowywanie i przebieg złomu w wybranych gatunkach stali i żeliw. Dane dotyczące badanych materiałów ujmuje tablica 1. Skład chemiczny odczynników stosowanych do trawienia przełomów podaje tablica 2.

Tablica 1

Wykaz badanych materiałów

Materiał	Zawartość składników %									
	Stale	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Ti
EO4		0,036	0,10	śl.	0,024	0,019	śl.	śl.	śl.	-
45		0,47	0,64	0,30	0,016	0,026	0,29	0,12	0,12	-
N7E		0,72	0,24	0,18	0,012	0,020	0,13	0,08	0,11	-
1H18N9T		0,06	1,58	0,66	0,026	0,016	19,35	8,93	-	0,20
Żeliwa										
Szare perlityczne (wlewnicowe)		4,0	0,6	1,8	0,14	0,05	-	-	-	-
Szare perlityczne (maszynowe)		3,2	0,7	1,3	0,10	0,07	-	-	-	-
Sferoidalne perlityczne		3,0	0,13	2,9	0,13	0,02	-	-	-	-
Sferoidalne ferrytyczne		2,9	0,16	4,8	0,13	0,02	-	-	-	-
Ciągliwe czarne		2,94	0,5	0,9	-	-	-	-	-	-

Z wyszczególnionych materiałów wykonano zglądy metalograficzne oraz przełomy. Ze względu na wielkość uchwytu mocującego próbkę w mikroskopie, wymiary próbek metalograficznych były ograniczone i posiadały średnicę  $\varnothing = 10$  mm oraz wysokość  $h = 10$  mm. Próbki przełomów zostały wykonane z prętów o średnicy  $\varnothing = 10$  mm i długości  $l = 50$  mm z 2 mm karbem naciętym w połowie długości. Próbki te łamano na młocie Charpy'ego o maksymalnym zakresie pracy  $L = 30$  kGm przy nastawieniu obciążenia na 15 kGm i rozstawie podpór  $l = 40$  mm. Końcówki otrzymanych odcinków przełomów zostały odcięte aby wysokość próbki wynosiła również max. 10 mm.

Z każdego gatunku badanych materiałów wykonano po trzy przełomy na każdy odczynnik trawiący. Oprócz tego z każdego materiału wykonano zglądy me-

talograficzne w celu określenia struktury porównawczej na mikroskopie świetlnym.

Tablica 2

## Wykaz odczynników trawiących

Symbol odczynnika	Skład chemiczny
Mi 4 Fe	10 g nadsiarożanu amonu 100 cm <sup>3</sup> wody destylowanej
Mi 18 Fe	3 cm <sup>3</sup> kwasu azotowego 10 cm <sup>3</sup> kwasu solnego 100 cm <sup>3</sup> alkoholu etylowego
Mi 19 Fe	3 g chlorku żelaza 10 g kwasu solnego 90 cm <sup>3</sup> alkoholu etylowego
HCL 50%	50% roztwór kwasu solnego

Stale gatunków E04, 45, N7E, badane były po normalizowaniu, natomiast stal 1H18N9T w stanie przesyconym (tabl. 1). Próbkki żeliw posiadały strukturę uzyskaną po odlaniu za wyjątkiem żeliwa ciągliwego czarnego uzyskanego w wyniku wyżarzania przy temperaturze 980°C.

### 3. Wyniki badań

Badania na mikroskopie świetlnym ujawniły w stali E04 gruboziarnistą strukturę ferrytyczną, w stali 45 - drobnoziarnistą strukturę ferrytyczno-perlityczną, a w stali N7E - perlit z bardzo niewielką zawartością wolnego ferrytu. Żeliwa szare posiadały osnowę perlityczną z wydzieleniami grafitu płatkowego oraz eutektyki fosforowej. W żeliwie sferoidalnym perlitycznym wystąpiły wydzielenia wolnego cementytu, natomiast w żeliwie sferoidalnym ferrytycznym niewielka ilość perlitu; żeliwo ciągliwe posiadało charakterystyczną strukturę ferrytyczną z wydzieleniami węgla żarzenia.

Badania mikrofraktograficzne, prowadzone na mikroskopie skaningowym JSM-S4 o nominalnej zdolności rozdzielczej 250 Å przy powiększeniach 300, 1000 i 3000x oraz napięciu przyspieszającym 10 kV, wykazały:

W stali E04 w stanie nietrawionym wystąpiły typowe przełomy transkrystaliczne, łupliwe. W wyniku trawienia powierzchni przełomów ujawniono figury trawienia o kształcie zbliżonym do kwadratów wskazujące, że pęknięcie zachodziło w płaszczyznach ferrytu  $\{100\}_\alpha$  - (rys. 4, 5).



Rys. 4. Przełom stali EO4

Na rys.	Materiał	Trawienie	Opis
4	EO4	M19Fe	Przełom transkryystaliczny łupliwy. Widoczne figury trawienia. Kwadratowy kształt figur wskazuje, że pękanie nastąpiło w płaszczyźnie $\{100\}_\alpha$ .

Podobne efekty wystąpiły w ferrycie stali 45, przy czym stwierdzono, że transkryystaliczny przełom łupliwy wykazuje w obszarach perlitycznych zwiększoną ilość uskoków i nieciągłości powierzchni. Rozwój i przebieg pęknięć w perlicie badanych stali nie wykazał wyraźnego związku z orientacją płytek cementytu względnie substrukturą osnowy ferrytycznej (rys. 6).

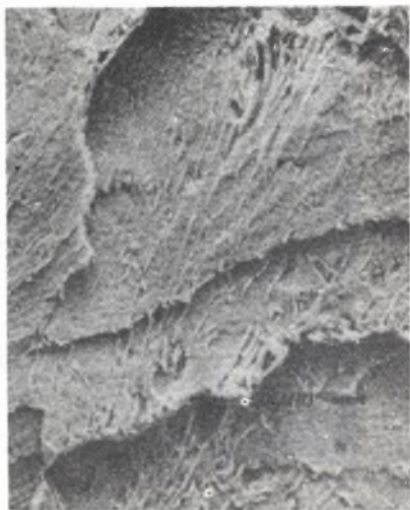
Obserwacje powierzchni trawionych przełomów austenitycznej stali 1H18N9T potwierdziły w pełni wcześniejsze przypuszczenia, że rozwój transkryystalicznych pęknięć ciągliwych jest zapoczątkowany na dyspersyjnych wydzieleniach faz, w danym przypadku na wydzieleniach węgla  $TiC$  oraz wtrącenia niemetalicznych (rys. 7 i 8).

W porównaniu do stali przełomy żeliwa wykazały znacznie większe zróżnicowanie w zależności od technologii wytwarzania i obróbki mimo zachowania zbliżonego składu fazowego. W szarym żelwie perlitycznym dominowało pękanie po granicach "osnowa-grafit", co ilustrują rysunki 9, 10. W żelwie wlewnicowym ujawniono mikroobszary, gdzie przełom oalkowicie przebiegał po powierzchni płytek grafitu (rys. 11).

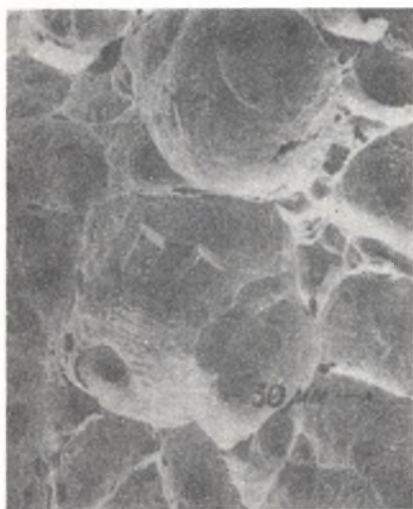
Charakterystyczną cechą rozwoju pęknięć w perlicie żeliw szarych było często spotykane ich prostopadłe usytuowanie do kolonii płytek cementytu przy wyraźnie zaznaczonym oddziaływaniu granic ziarn byłego austenitu na przebieg złomu (rys. 12).



Rys. 5. Przełom stali E04



Rys. 6. Przełom stali N7E



Rys. 7. Przełom stali 1H18N9T



Rys. 8. Przełom stali 1H18N9T



Na rys.	Materiał	Trawienie	Opis
5	E04	M119Fe 5'	Szczegół rys. 4
6	N7E	HCL 10'	Przełom transkryystaliczny łupliwy. Struktura perlityczna ujawniona na przełomie z widocznymi uskokami powierzchni rozdziału.
7	1H18N9T	M118Fe 5' 70°C	Węglikoazotki tytanu usadowione w środku "dołku" przełomu transkryystalicznego ciągliwego ujawnione po trawieniu.
8	1H18N9T	M118Fe 5' 70°C	szczegół rys. 7



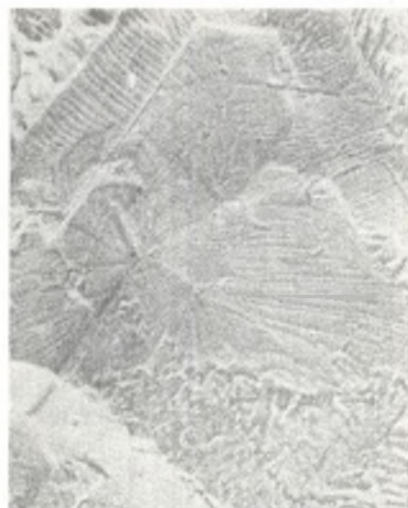
Rys. 9. Przełom żeliwa szarego



Rys. 10. Przełom żeliwa szarego



Rys. 11. Płat grafitu

Rys. 12. Struktura perlityczna na  
przełomie żeliwa szarego

Nr rys.	Materiał	Trawienie	Opis
9	żeliwo szare perlityczne. (maszynowe)	M19Fe 1,5'	Fragment przełomu przebiegającego poprzez perlit i płatki grafitu.
10	żeliwo szare perlityczne. (wlewnicowe)	M18Fe 5'	jw.
11	jw.	M14Fe 3'	Płat grafitu.
12	żeliwo szare perlityczne. (maszynowe)	M18Fe 5'	Ziarno regularnego perlitu płytkowego na granicy byłego ziarna austenitu. Wewnątrz ziarna widoczne wydzielenia cementytu wtórnego.



Rys. 13. Przełom żeliwa sferoidalnego



Rys. 14. Przełom żeliwa sferoidalnego



Rys. 15. Przełom żeliwa sferoidalnego

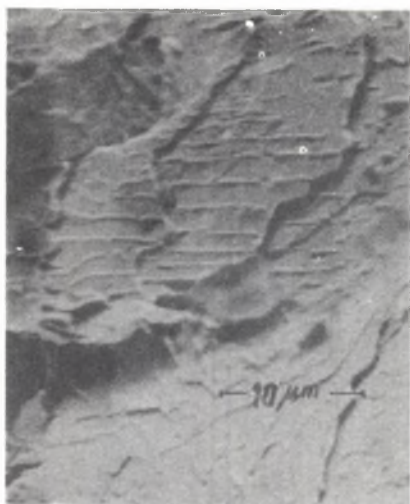


Rys. 16. Przełom żeliwa sferoidalnego

Nr rys.	Materiał	Trawienie	Opis
13	żeliwo sferoidalne ferrytyczne.	M14Fe 1.5'	Przełom transkrystaliczny łupliwy z śladami pęknięcia po granicach ziarn. Widoczne figury trawienia w ferrycie.
14	jw.	jw.	szczegół rys. 13
15	żeliwo sferoidalne perlityczne	-	Przełom transkrystaliczny łupliwy z śladami pęknięć ciągłych. Widoczne na przełomie usadowienie grafitu kulkowego.
16	żeliwo sferoidalne ferrytyczne	-	Przełom transkrystaliczny łupliwy z grafitem kulkowym.



Rys. 17. Przełom żeliwa ciągliwego



Rys. 18. Struktura perlityczna na przekrobie żeliwa ciągliwego

W ferrytycznym żeliwie sferoidalnym stwierdzono przełomy transkryystaliczne łupliwe. Układ figur trawienia wskazał na przebieg złomu głównie w płaszczyznach  $\{100\}_\alpha$  (rys. 13 i 14).

Zarówno w żeliwie sferoidalnym ferrytycznym, jak i perlitycznym w odróżnieniu od żeliwa szarego z grafitem płatkowym - złom na ogół nie przebiegał po granicach sferoidalnych wydzieleni grafitu, ani ich nie "wyrzywał", lecz obserwowano raczej efekt "ścianania" sferoidów grafitu (rys. 15 i 16).

W żeliwie ciągliwym ujawniono przełomy transkryystaliczne łupliwe, przy czym podobnie jak w stalach obszary perlityczne charakteryzowały się licznymi uskokami i nieciągłościami powierzchni złomu, przebiegającego często wzdłuż płytek cementytu (rys. 17). Pęknięcia główne były na ogół efektem "zlewania się" rozgałęzionego systemu rozwijających się oddzielnie pęknięć osąstkowych (rys. 18). Wiąże się to przypuszczalnie z substrukturą ferrytycznej osnowy występującej w żeliwach ciągliwych.

Nr rys.	Materiał	Trawienie	Opis
17	żeliwo ciągliwe perli- tyczne	Mi4Fe 2'	Przełom transkrystaliczny łupliwy. Ujawniona struktura perlityczna z silnie wystającymi płytkami cementytu
18	jw.	jw.	Struktura perlityczna na przełomie transkrystalicznym łupliwym.

#### 4. Wnioski

1. Zastosowanie w mikrofraktografii skaningowej metody trawienia przełomów rozszerza znacznie dotychczasowe możliwości badania wpływu struktury materiałów na mechanizm łoh pęknięcia.

2. Analiza figur trawienia na powierzchniach przełomów stali wyżarzonych oraz żeliw szarych nie obrabionych cieplnie wykazuje, że pęknięcie ferrytu w tych stopach zachodzi na ogół w płaszczyznach  $\{100\}_\alpha$ .

3. W stalach i żeliwach obrabionych cieplnie pęknięcie ferrytu zachowuje charakter transkrystaliczny łupliwy, przy czym rozwój pęknięć w znacznym stopniu determinowany jest obecnością substruktury.

4. Przebieg pęknięć w perlicie zarówno stali, jak i żeliw nie wykazuje wyraźnej zależności w odniesieniu do kierunku płytek cementytu, lecz raczej jest kontrolowany pierwotnym ziarnem austenitu (żeliwa szare i sferoidalne) względnie substrukturą osnowy ferrytycznej (stale i żeliwa ciągliwe).

5. W żeliwach szarych o graficie płatkowym stwierdza się wyraźną tendencję do zarodkowania oraz przebiegu pęknięć po granicach wydzieleni grafitu; zjawiska tego nie obserwuje się w żeliwach sferoidalnych.

6. Przełom ciągliwy stali austenitowych zarodkowany jest na wtrąconych niemetaloiznych oraz węglkach TiC.

## LITERATURA

- [1] Kimoto S.: The Scanning Microscope as a System, JEOL News, 1972, vol. 10, nr 2.
- [2] Booker G.R.: Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science, str. 553-653, 1970 North-Holland Publishing Co, Amsterdam-London.
- [3] Thornton P.R.: Scanning Electron Microscopy, 1968, Chapman and Hall, London.
- [4] Dulieu D.: The Metallurgical Applications of The Scanning Electron Microscope, BISRA open Report, MG/A/37/69.
- [5] Jelonek Z. i współautorzy: Elektronowy mikroskop analizujący, Instytut Technologii Elektronowej PAN, Warszawa 1969.
- [6] Kimoto S.: On a Scanning Electron Microscope, JEOL, Oct. 1967, SM-67013.
- [7] Bojarski Z.: Mikroanalizator rentgenowski, 1971, Śląsk, Katowice.
- [8] Kimoto S.: Applications of JSM Scanning Electron Microscope to Metallurgy, JEOL News, 1970, vol. 8. nr 2.
- [9] Kimoto S., Hasimoto H. i Mase K.: Voltage Contrast in Scanning Electron Microscopy, JEOL, Jan. 1969, SM-68020.
- [10] Kimoto S., Suganuma T.: Stereomicrography by Scanning Electron Microscope, JEOL, July 1968, nr 687.453-3Tp.
- [11] Horstman D.: Archiv f. das Eisenhütten. 1971 nr 5, str. 341.
- [12] Shiraiwa T. i Terasaki F.: The Sumitomo Search, Nov. 1970, nr 4, s. 122.
- [13] Таока Т. i współautorzy: Kinzoku Gakkaishi, 1966, vol. 30, s. 820.

МИКРОФРАКТАГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ В РАСТВОРЕ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ  
МЕТОДОМ ТРАВЛЕНИЯ ИЗЛОМОВ

## Р е з ю м е

Представлено в общих чертах исследовательские возможности растровой микроскопии. Определено режимы травления изломов отобранных сплавов железа, исследуемых в растровом электронном микроскопе.

Подтверждено возможности получения для той же самой поверхности образца данных, относительно механизма разрушения и деталей микро- и субструктуры. Указана связь структуры с протеканием излома а также практическую пригодность примененной техники металлографических исследований.



MICROFRACTOGRAPHICAL STUDIES OF ETCHED FRACTURES ON THE  
SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

S u m m a r y

Some investigation possibilities of scanning electron microscopy have been showed. The etching conditions of facture surface of some iron alloys have been determined. The possibilities of obtaining informations both about a fracture mechanism and microstructure of the same specimen area have been confirmed. The results of the work have shown a relationship between microstructure and fracture mechanism as well as usefulness of applied technique in metallographical researches.