ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ

Nr 70 Mechanika z.16 1962

ADOLF MACIEJNY

Katedra Metaloznawstwa

# BADANIE STRUKTURY ROZTWORÓW STAŁYCH METODĄ KONTRASTU FAZOWEGO

## 1. WSTĘP

Przy obserwacji mikroskopowej powierzchni metalu ujawnienie danego szczegółu struktury możliwe jest tylko wtedy, gdy jego wielkość mieści się w zakresie zdolności rozdzielczej mikroskopu oraz w odbitym od niego świetle wystąpią zmiany na które reaguje oko ludzkie. Ten drugi czynnik posiada bardzo istotne znaczenie w badaniach metalograficznych. Okazuje się bowiem, że zdolność rozdzielcza mikroskopu optycznego, mimo że ograniczona, wystarcza do ujawnienia znacznej ilości szczegółów struktury pod warunkiem, że w odbitym od nich świetle wystąpią odpowiednio duże różnice barwy lub intensywności.

Większość faz metalicznych posiada zbliżone do siebie własności optyczne i przy zastosowaniu w mikroskopie zwykłego sposobu oświetlenia - pola jasnego - jedynymi składnikami strukturalnymi, widocznymi na polerowanej powierzchni zgładu są fazy niemetaliczne, których zabarwienie jest wynikiem absorbcji pewnych długości fal padającego na nie światła.

Z tych względów celem ujawnienia struktury metalu czy stopu zgład poddaje się trawieniu. Działanie odczynników trawiących jest dwojakie. Z jednej strony różnice w intensywności rozpuszczania poszczególnych faz lub ich obszarów prowadzą do różnic wysokości szczegółów czyli tzw. reliefu powierzchni zgładu. Efekt ten nie wystarcza jeszcze do ujawnienia struktury przy obserwacji w polu jasnym. Drugim ważniejszym zjawiskiem związanym z trawieniem zgładu jest zmiana stanu powierzchni poszczególnych faz lub ich obszarów, w wyniku której odbite od zgładu światło doznaje zmian umożliwiających powstanie odpowiednich kontrastów intensywności lub barwy, a tym samym obrazu struktury.

Często jednak różnice w działaniu odczynnika trawiącego są nieznaczne lub też prowadzą tylko do powstania reliefu. Odnosi się to między innymi do szczegółów wewnętrznej budowy ziarn metali czystych i roztworów stałych, różniących się nieznacznie między sobą orientacją krystalograficzną lub składem chemicznym. Relief powierzchni zgładu, nie wystarczający do ujawnienia struktury w polu jasnym, wywołuje jednak różnice w fazie odbitego światła, które przy zastosowaniu obserwacji w kontraście fazowym mogą być zamienione na różnice intensywności [1 - 7].

Przeprowadzone badania miały na celu określenie przydatności i warunków stosowalności metody kontrastu fazowego do badania wewnętrznej struktury ziarn roztworów stałych.

## 2. Przebieg badań

Badania przeprowadzono na trzech różnych materiałach - wysokostopowej stali H9S2, stali węglowej 05X oraz mosiądzu M60. Skład chemiczny badanych materiałów podano w tablicy 1.

Tablica 1

Skład chemiczny badanych materiałów

| Materiał | Skład chemiczny % | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | C | P | S | Mn | Si | Cr | Ni | Cu | Zn | Inne |
| Stal H9S2 | 0,38 | 0,018 | 0,010 | 0,43 | 2,43 | 8,16 | 0,22 | - | - | - |
| Stal 05X | 0,07 | 0,02 | 0,03 | 0,21 | 0,03 | - | - | - | - | - |
| Mosiądz M60 | - | - | - | - | - | - | - | 60,5 | 388 | ok. 0,7 |

Próbki stali H9S2 wyżarzone zmiękczająco poddano obróbce cieplnej, polegającej na hartowaniu w oleju z temperatury 1080°C oraz odpuszczaniu w zakresie od 100 do 850°C co 50° w czasie trzech godzin.

Stal 05X oraz mosiądz M60 badano w stanie zgniecionym, przy czym zgniot wynosił 60%.

Celem przygotowania zgładów do badań metalograficznych próbki szlifowano na mokro na szlifierce magnetycznej, a następnie na urządzeniu typu Lunn-Minor firmy Struers-Dania, stosując kolejno cztery gradacje papierów ściernych - 220, 320, 400 i 600. Polerowanie prowadzono na polerce typu DP-IV wymienionej firmy przy zastosowaniu past diamentowych o gradacjach - 15$\mu$, 7$\mu$, A, B i C.

Wypolerowane zgłady oglądano pod mikroskopem w polu jasnym oraz kontraście fazowym, a następnie trawiono, badając wpływ kilkakrotnego polerowania i trawienia oraz rodzaju odczynnika na uzyskiwane wyniki. Na podstawie wstępnych prób wykazano, że najodpowiedniejszym odczynnikiem do ujawnienia badanych szczegółów struktury jest alkoholowy roztwór chlorku żelaza i kwasu solnego o składzie:

$$2g\ FeCl_3 + 1\ cm^3\ HCl + 100\ cm^3\ C_2H_5OH.$$

Stosowano trzy różne czasy trawienia, przy czym czas najdłuższy dla poszczególnych zgładów był odpowiedni dla obserwacji w polu jasnym. Badania mikroskopowe w polu jasnym oraz dodatnim i ujemnym kontraście fazowym prowadzono na mikroskopie MeF - firmy Reichert - Austria, w którym dzięki wprowadzeniu dodatkowego układu soczewek istnieje możliwość szybkiej zmiany pola jasnego na kontrast fazowy bez konieczności wymiany obiektywu [1].

Do badań w kontraście fazowym zastosowano płytki fazowe o 45% absorbcji. Obserwację mikroskopową prowadzono przy powiększeniach 100, 500 i 1000X. Do oświetlenia użyto lampy rtęciowej. Zdjęcia wykonano na błonach fotograficznych, przy czym czas naświetlania przy zastosowaniu kontrastu fazowego był około 5 razy dłuższy niż dla pola jasnego.

## 3. Wyniki badań

Obserwacja w kontraście fazowym zgładów stali H9S2 po wyżarzeniu zmiękczającym w 850°C/2 godz. nie ujawniła nowych szczegółów struktury w porównaniu do zaobserwowanych w polu jasnym.

W stanie zahartowanym badana stal wykazała strukturę iglastego martenzytu. Stwierdzono, że mimo przedłużenia cza-

su trawienia obraz w polu jasnym pozostawał mało kontrastowy i pozbawiony szczegółów. Stosując obserwację w dodatnim kontraście fazowym uzyskano znacznie pełniejszy obraz badanej struktury, odznaczającej się wyraźną gruboiglastością i kierunkowym ułożeniu igieł - rys.1.

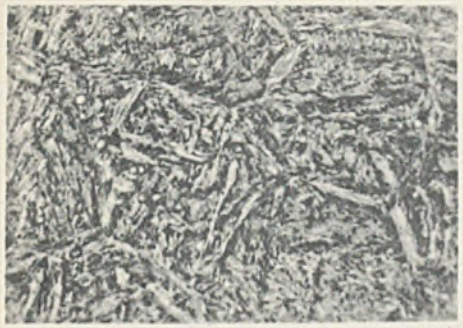
Badanie w polu jasnym zgładów wykonanych na próbkach stali H9S2, odpuszczanych w temperaturach poniżej 450°C nie wykazało istotnych różnic w porównaniu do struktury po hartowaniu. Natomiast po zastosowaniu kontrastu fazowego stwierdzono, że począwszy od ok.300°C wzrost temperatury odpuszczenia powoduje stopniowe rozdrobnienie struktury, która przybiera charakterystyczny wygląd "mozaiki" - rys.2. Zjawisko to zachodzi, aż do temperatury ok.450°C. Dalszy wzrost temperatury odpuszczania i pojawienia się w strukturze wydzieleń węglików powoduje stopniowe powiększenie się iglastych utworów w obrębie fazy $\alpha$ - rys.3. Ta blokowa struktura ferrytu powstałego z martenzytu zanika dopiero po odpuszczeniu w wysokich temperaturach rzędu 800 i 850°C. Obserwacja w polu jasnym zgładu próbki odpuszczonej w 800°C/3 godz. wykazała typową strukturę sorbityczną - rys.4. Ten sam szczegół oglądany w dodatnim kontraście fazowym wykazuje, że ziarna ferrytu nie są jednorodne w swej budowie. Obserwuje się w nich jasne obszary - bloki w obrębie których często brak wydzieleń węglików skupiających się na ich krawędziach - rys.5. Z podwyższeniem temperatury odpuszczania do 850°C obserwuje się proces zrastania bloków i zanik niejednorodności budowy ziarn ferrytu - rys.6.

Badanie w polu jasnym zgładów stali 05X poddanej deformacji plastycznej nie pozwoliło na dokładne ujawnienie wewnętrznej struktury zgniecionych ziarn ferrytu. Znaczną poprawę uzyskano stosując słabe trawienie oraz obserwację w dodatnim kontraście fazowym - rys.7.

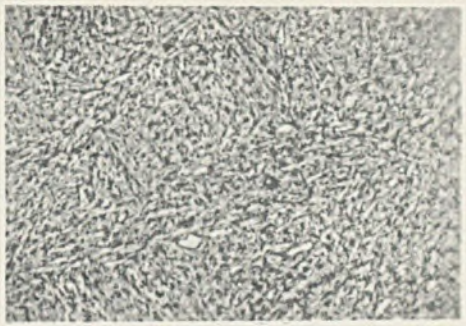
Stosując tę metodę obserwacji do struktury zgniecionego mosiądzu stwierdzono, że utwory bliźniacze nie są w swej budowie jednorodne, lecz składają się jeszcze z całego szeregu równoległych płytek - rys.8. Szczegółów tych nie ujawniono przy obserwacji w polu jasnym.

## 4. Dyskusja wyników

Wyniki przeprowadzonych prób wskazują na duże możliwości zastosowania kontrastu fazowego w badaniach struktury roztworów stałych. Stosując porównawcze obserwacje w kontraście

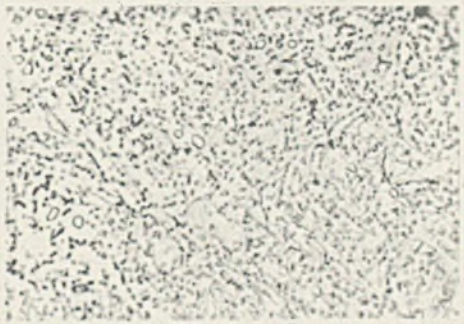


1

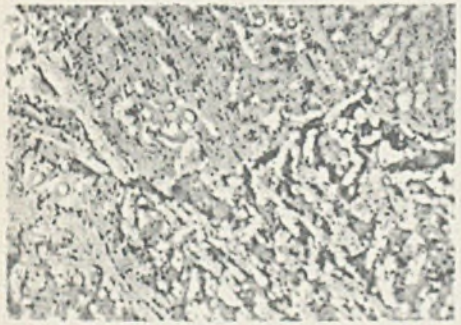


2

3



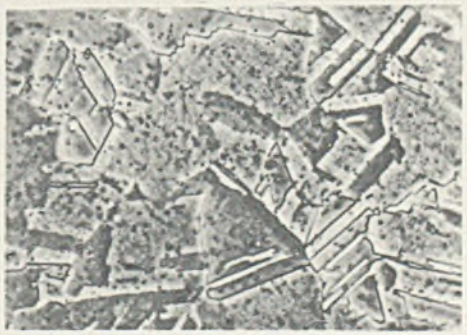
4



5

6

7



8

## OPIS RYSUNKÓW

| Nr rys. | Rodzaj i stan materiału | Metoda obserwacji | Powiększenie | Struktura |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Stal H9S2<br>H*) — 1080°C/olej<br>O — 200°C/3 godz. | Kontrast dodatni | 1000 × | Martenzyt gruboziarnisty z charakterystycznym ułożeniem igieł pod kątem 60 oraz 120°. |
| 2 | Stal H9S2<br>H — 1080°C/olej<br>O — 350°C/3 godz. | Kontrast dodatni | 1000 × | Struktura odpuszczonego, gruboiglastego martenzytu. Wpływ odpuszczania zaznaczył się znacznym rozdrobnieniem struktury, która przyjmuje wygląd „mozaiki". |
| 3 | Stal H9S2<br>H — 1080°C/olej<br>O — 550°C/3 godz. | Kontrast dodatni | 1000 × | Struktura fazy α — ferrytu po odpuszczaniu w 550°C o iglastym pomartenzytycznym układzie bloków, które w wyniku podwyższenia temperatury uległy znacznemu rozrostowi. |
| 4 | Stal H9S2<br>H — 1080°C/olej<br>O — 800°C/3 godz. | Pole jasne | 1000 × | Sorbit — w osnowie ferrytu skoagulowane węgliki. |
| 5 | Stal H9S2<br>H — 1080°C/olej<br>O — 800°C/3 godz. | Kontrast dodatni | 1000 × | Struktura jak na rys. 4, lecz oglądana w kontraście fazowym. Widoczna blokowa budowa ziarn ferrytu. |
| 6 | Stal H952<br>H — 1080°C/olej<br>O — 850°C/3 godz. | Kontrast dodatni | 1000 × | Struktura sorbityczna. W ziarnach ferrytu obserwuje się proces wzrastania bloków pomartenzytycznych, prowadzący do ujednorodnienia fazy α. |
| 7 | Stal 05X<br>walcowana na zimno ze zgniotem 60% | Kontrast dodatni | 500 × | Ferryt stali niskowęglowej po zgniocie. Widoczne szczegóły wewnętrznej struktury ziarn zgniecionych. |
| 8 | Mosiądz M60<br>po przeróbce plastycznej ze zgiotem 60% | Kontrast dodatni | 500 × | Struktura mosiądzu po zgniocie-ziarna roztworu α z utworami bliźniaczymi zbudowanymi — jak ujawnia to kontrast fazowy — z równoległych płytek. |

*) H — hartowanie
O — odpuszczanie.

dodatnim i ujemnym stwierdzono, że bardziej przydatną jest metoda kontrastu dodatniego, a to z dwóch względów:

1) obraz w kontraście dodatnim wykazuje duże podobieństwo do uzyskiwanego w polu jasnym, co ułatwia interpretację;

2) w kontraście ujemnym mogą wystąpić jasne refleksy od por i innych wad powierzchni zgładu, zniekształcające miejscami obraz struktury.

Wykazano ponadto duży wpływ trawienia na uzyskiwane wyniki. Przy badaniu wewnętrznej struktury ziarn, odczynnik trawiący winien odznaczać się łagodnym działaniem, zależnym od orientacji krystalograficznej ziarna lub wchodzących w jego skład bloków. Warunkom tym w pełni odpowiada zastosowany w badaniach alkoholowy roztwór chlorku żelaza i kwasu solnego.

Jak stwierdzono, trawienie zgładów stosowane do badań w polu jasnym jest często zbyt silne i prowadzi do zaniku drobnych szczegółów struktury np. w zgniecionych ziarnach ferrytu oraz utworach bliźniaczych mosiądzu. W tych przypadkach celowym jest stosować trawienie słabe oraz obserwację w kontraście fazowym. W innych przypadkach, w zależności od struktury i składu chemicznego stopu, korzystniejszym może okazać się trawienie silne, jak na przykład przy badaniu struktur hartowania i odpuszczania w stalach wysokostopowych.

Przy obserwacji zgładów trawionych uzyskiwany kontrast wzrasta początkowo z intensywnością wytrawiania struktury, a po przejściu przez maksimum, dalsze, silniejsze trawienie prowadzi już do obniżenia kontrastu obrazu. Przy znacznej różnicy wysokości szczegółów struktury, kontrast występuje tylko pomiędzy szczegółami o mniejszych różnicach położenia, zaś szczegóły zbytnio różniące się wysokością nie dają efektów właściwych dla kontrastu fazowego. Istnieje zatem optymalny zakres nierówności dla metody kontrastu fazowego, który jak wykazano przy pomocy metod interferometrycznych wynosi ok. 200÷300 $^{o}$A [4].

Badanie struktur odpuszczania stali H9S2 wykazało, że proces wydzielania węglików poprzedzony jest wyraźnym rozdrobnieniem struktury. Podwyższając temperaturę odpuszczania obserwuje się proces rozrostu blokowych utworów fazy $\alpha$, prowadzący do ich powolnego zaniku i ujednorodnienia ziarn ferrytu. Zaobserwowane zmiany strukturalne są najprawdopodobniej związane ze zmianami wielkości bloków struktury mozai-

kowej w wyniku zaniku i powstawania naprężeń II rodzaju w procesie odpuszczania [8]. Ponieważ jednak zjawiska te dotyczą wielkości rzędu setek Å, nie są możliwe do ujawnienia na mikroskopie optycznym. Można zatem przypuszczać, że obserwacja w kontraście fazowym ujawniła jedynie pewien efekt zbiorczy tych zjawisk, zachodzących w mniejszych obszarach.

## 5. Wnioski

Z przeprowadzonych badań wynika:

1. Metoda kontrastu fazowego pozwala ujawniać szczegóły struktury roztworów stałych, niewykrywalne przy zastosowaniu innych sposobów obserwacji mikroskopowej.

2. Trawienie zgładów do badań metodą kontrastu fazowego winno dawać wyraźny relief, przy czym optymalne różnice w wysokości położenia szczegółów struktury są rzędu 200÷300 Å.

3. W zależności od struktury, składu chemicznego stopu oraz działania odczynnika, optymalną głębokość wytrawiania uzyskuje się po różnych czasach, przy czym efekty trawienia obserwowane w polu jasnym nie są miarodajne dla obserwacji w kontraście fazowym.

4. Stwierdzono pełną przydatność omawianej metody obserwacji do badania zjawisk zachodzących przy odpuszczaniu stali oraz w stopach poddanych deformacji plastycznej.

LITERATURA

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

[2] Zernike F. - Physika, 1942, nr 9, str.687 i 974.

[3] Cuckow F.W. - J.Iron Steel Inst. 1949, t.161, str.1.

[4] Mc Lean D. - Metal Treatment 1951, t.18, str.51,

[5] Gabler F. - Mikroskopie 1952, t.7, nr 1/2, str.43.

[6] Gabler F. i Mitsche R. - Archiv. f. Eisenhüttenwesen 1952. t.23, nr 3/4 str.145.

[7] Pusch R. - Stahl und Eisen 1955, t.75, str.235.

[8] Błanter M.E. - Fazowyje priewraszczenija pri termiczeskoj obrabotkie stali. Mietałłurgizdat 1962 str.190.