

Dr. Franc Vodopivec, dipl. inž.
Metalurški inštitut

DK: 620.186; 62.001.6
ASM/SLA: M 21 c, e, fg; 23 n, p

Sodobne metode metalografske preiskave in smeri njihovega razvoja

V članku je zgoščen opis najbolj uporabljanih metod za metalografsko preiskavo kovin. Okvirno je opisana uporabnost, slabe strani in perspektive razvoja posameznih metod.

UVOD

Metode za metalografsko preiskavo kovin so mnogo preveč raznovrstne in prilagojene specifičnim potrebam raziskovalnega dela, da bi jih lahko opisali v tem sestavku. Zato se bomo omejili na splošen pregled in oceno smeri razvoja. Ne bomo opisovali raznih aparatov, ampak analizirali v glavnem področja njihove uporabe.

Razdelitev snovi v sestavku je naslednja: makroskopska in mikroskopska preiskava s pripravo obruskov, kvantitativna metalografska fazna analiza, elektronska mikroskopija, preiskava kovin s pomočjo strukturnega rentgena, preiskava kovin s pomočjo elektronske mikroskopske, preiskava prelomov in posebni postopki metalografske preiskave.

1. MAKROSKOPSKA IN MIKROSKOPSKA PREISKAVA

1.1 Namen metalografske preiskave

Z metalografsko preiskavo želimo ugotoviti strukturne značilnosti, od katerih so odvisne lastnosti in uporabnost kovine. Med te značilnosti štejemo:

- vrsto strukture; vrsto, velikost in razdelitev strukturnih komponent
- množino, vrsto in razdelitev nekovinskih komponent v strukturi, n. pr. nekovinskih vključkov in karbidov
- makro in mikronapake v kovinah, predvsem znake nekompaktnosti, kot so razpoke, plinski mehurčki in mikro-lunkerji

- neenakomernosti v razdelitvi strukturnih komponent ali elementov, ki so v trdni raztopini, n. pr. izceje karbidov, vključkov in različnih elementov.

Metalografsko preiskavo delimo v makroskopsko in v mikroskopsko. Pri prvi si pomagamo s prostim očesom ali lupo, ki zmora do $20\times$ -ne povečave, pri drugi uporabljamo metalografske mikroskope do povečave približno $2000\times$ in elektronske mikroskope do povečave $100000\times$ ali več.

Klasične metode metalografske preiskave so usmerjene predvsem v ugotovitev oblike velikosti in razdelitve strukturnih komponent v kovinah, poudarek je torej na kvalitativni analizi. Moderne metode pa omogočajo, da se določi fazna sestava kovin in elementna sestava posameznih komponent mikrostrukture. Bodočnost metalografije je v razvoju metod, ki bi omogočile, da se čim bolj selektivno in zanesljivo loči posamezne mikrostrukturne komponente ter da se določi elementna sestava teh komponent in njihov kvantitativni delež v masi kovine, oziroma da se določi fazna sestava kovin. Elementna sestava ne daje vedno prave slike o kovini in na njeni osnovi ni vedno mogoče tolmačiti lastnosti kovin. Od modernih metod in aparatov zahtevamo, da so enostavne, zanesljive in hitre in da dajo uporabne rezultate. Bodočnost pa imajo take aparature in metode, s katerimi bo mogoče izvršiti hitro in avtomatsko kvantitativne fazne analize. Druga smer razvoja metalografske preiskave je razvoj specialnih metod, namenjenih za preiskavo specifičnih kovin, za analizo specifičnih problemov ali pa za izvedbo preiskav v posebnih pogojih.

1.2 Zgradba in značilnosti modernih metalografskih mikroskopov

Optični mikroskop je osnovno orodje za metalografsko preiskavo kovin in bo svoj pomen ohranil tudi v bodočnosti. V uporabi sta dve

konstrukciji mikroskopa: stoječa (normalna) in obrnjena. Prva konstrukcija ima mikroskopsko mizico z bruskom pod objektivni, druga pa nad objektivni. Izdelujejo se že tudi kombinirani mikroskopi. Normalni mikroskop je bolj primeren za opazovanje večjih serij bruskov, sicer sta obe vrsti mikroskopa enakovredni. Dobri mikroskopi imajo okularje in objektivne, ki omogočajo opazovanje z direktno povečavo od pribl. 40 do 1500 \times . Povečave se spreminjajo navadno v stopinjah. V najmodernejših mikroskopih, pa se povečava spreminja zvezno, ne da bi bilo potrebno znova nastavljanje ostrino.

V uporabi sta v glavnem dve vrsti mikroskopov: majhni enostavni mikroskopi za rutinsko kontrolno delo in večji mikroskopi, ki so namenjeni za raziskovalno delo. Moderni mikroskopi imajo revolver objektivne, naprave za fotografiranje na plošče in na film z avtomatsko napravo za osvetljevanje, optiko za opazovanje v svetlem, temnem polju, ter polarizirani svetlobi; imajo dodatek za fazni in interferenčni kontrast ter napravo za merjenje mikrotrdote. Na nekatere mikroskope lahko montiramo posebne pečice, ki omogočajo, da se neposredno opazuje površina kovin segreta na visoke temperature. Nekateri mikroskopi imajo tudi naprave za optično ali televizijsko projekcijo slike na večji zaslon. Ta zaslon se lahko kombinira z avtomatskimi napravami za fazno analizo mikrostrukture.

Koristna dodatna naprava je tudi mikrorefleksimeter. Z njim merimo intenziteto odbite monohromatske svetlobe z zelo majhnih področij na površini bruska (do nekoliko mikronov v premeru). S primerjavo intenzitete odbite svetlobe določene strukturne komponente z intenziteto odbite svetlobe znanega etalona lahko določimo precej točno sestavo opazovane komponente. Naprava je precej točna in zanesljiva. Posebno je primerna za identifikacijo mineralnih komponent v kovinah, refleksijske indekse teh komponent poznamo iz mineralogije. Ko bodo eksperimentalno določeni refleksijski indeksi za različne kovine v čistem in legiranem stanju bo naprava lahko v bolj enostavnih primerih nadomestila mnogo dražje elektronsko mikrosondo.

1.3 Priprava bruskov za opazovanje na mikroskopu

Metode makroskopske preiskave vzorcev ne kažejo posebnega napredka. Za odkrivanje makrostrukture se uporablja klasično globoko jedkanje v mineralnih kislinah, preiskave z različnimi penetranti pa se uporabljajo za odkrivanje napak. Penetranti so razne tekočine, ki imajo majhno površinsko napetost in zato lahko in hitro prodirajo v napake v kovinah npr. razpoke ali mikrolunkerje in jih tako pokažejo.

a) Poliranje bruskov

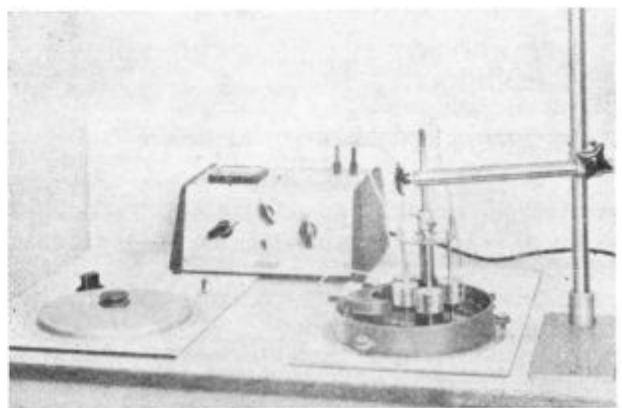
Naprave za pripravo bruskov za mikroskopsko preiskavo so dosegli lep razvoj. Trije činitelji so

ta razvoj pospešili: želja pa avtomatizaciji in pospešitvi izdelave bruskov, metalografska preiskava novih gradiv, za katere klasično poliranje ni bilo uporabno ter zahteva po boljši kvaliteti površine bruskov. Kvaliteta površine ročno pripravljenih bruskov običajno ni zadostna za uspešno analizo na modernih pripravah za fazno analizo kovin.

V klasičnem postopku priprave bruskov z ročnim brušenjem in poliranjem se mokro brušenje vedno bolj uveljavlja. Metode elektrolitskega poliranja so že toliko izpopolnjene, da jih z uspehom lahko uporabimo za praktično vse kovine. Obstojna celo naprava za elektrolitsko poliranje, ki omogoča, da se med poliranjem površina kovine neposredno opazuje v mikroskopu (Elipovist, Zeiss Jena). Elektrolitsko poliranje v staljenih solih ni prešlo začetnih preizkusov. Zelo lepe obruske daje poliranje z avtomatično napravo, ki drži več bruskov naenkrat (slika 1). Elektromehanično poliranje (nemško Wischpoliren) je kombinacija mehanskega in elektrolitskega poliranja. Ta metoda poliranja se zelo uveljavlja. Daje lepe površine pri vseh kovinah tudi pri tistih, ki so premehke, da bi jih lahko uspešno mehansko polirali. Lepe rezultate daje ta metoda poliranja pri pripravi bruskov iz visokolegiranih jekel, ki imajo malo ogljika. Naprava se lahko kombinira z mehanično roko, ki drži več bruskov. Uveljavlja se tudi vibracijsko poliranje. Po tem postopku se avtomatsko mehanično brusijo ali polirajo bruski na plošči, ki vibrira. Intenziteto in kvaliteto poliranja se regulira z intenziteto vibracij in s spreminjanjem obtežbe bruskov. Vibracijsko mehnično poliranje se lahko kombinira z elektrolitskim poliranjem.

Kovine, katere polirne tekočine poškodujejo, je mogoče polirati na suho na posebno pripravljenih ravnih steklenih ploščah, ki imajo hrapavo površino. Ta postopek je uporaben tudi tedaj, ko hočemo dobiti ravne robove bruskov.

Napredek v snoveh za hladno zalivanje bruskov so epoksi smole in aralditi, ki imajo različno trdoto in so prilagojeni za zalivanje bruskov in



Slika 1

Naprava za elektromehanično poliranje Relapol z mehnično roko, ki drži več bruskov med poliranjem.

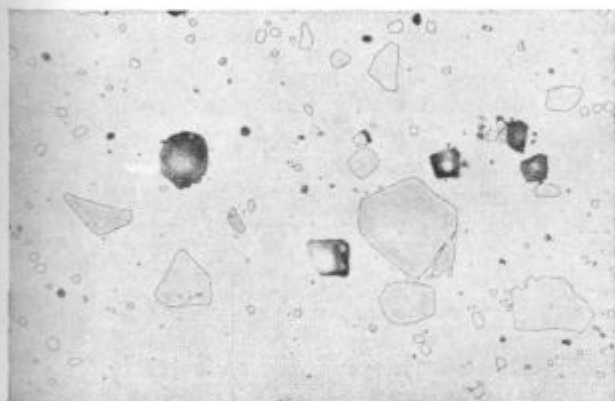
kovin z različno trdoto. Zaradi majhnih razlik v trdoti pri poliranju ne nastaja relief na obrusku in so robovi ostri.

b) Jedkanje obruskov

Klasična jedkalna sredstva za mikroskopsko jedkanje obruskov, predvsem raztopine mineralnih kislin in soli v vodi, alkoholu ali drugih tekočinah, brez dodatka ali z dodatkom organskih snovi za zmanjšanje površinske napetosti, se še vedno največ uporabljajo. Zahteva po velikem kontrastu med mikrostrukturnimi komponentami, ki edini lahko zagotovi, da bodo naprave za optično avtomatsko fazno analizo dale dobre rezultate, je na tem področju pospešila razvoj. Zelo se širijo jedkala, ki delujejo z usedanjem. Taka jedkala lepo pokažejo heterogenosti v razdelitvi legirnih elementov v kovini npr. makroskopske in mikroskopske izceje legirnih elementov, ki so raztopljeni v feritu ali v avstenitu.

Važen korak naprej je napravilo elektrolitsko jedkanje z uvedbo potenciostatskega jedkanja. To je jedkanje v primerni raztopini pod določenim potencialom, ki omogoča, da se odkrije samo določena faza. Slika 2 nam kaže, kako zelo je selektivno potenciostatsko jedkanje. Z drugimi postopki je težko doseči tak kontrast, težko pa je tudi zagotoviti zanesljivost in enakomernost jedkanja.

S polarizirano svetlobo si ne moremo veliko pomagati pri mikroskopski analizi kovin, optična anizotropnost kovinskih faz je namreč premajhna, da bi imeli s polarizirano svetlobo uspeh. Pač pa uspešno uporabljamo to svetlobo pri indetifikaciji vključkov. Optične razlike med posameznimi kovinskimi fazami močno povečamo, če na površino kovin v vakuumu naparimo tanek sloj optično aktivnih snovi, ki imajo velik lomni količnik. Take snovi so npr. kadmijev in cinkov sulfid ter selenid. Ko naparjeno površino opazujemo v polarizirani svetlobi, se nam struktura pokaže na podoben način kot, da je bil obrus jedkan, v nekaterih primerih pa dobimo celo boljše selektivnost.



Slika 2

× 500 — Potenciostatsko jedkani karbidi (MC temni in M6C svetli) v hitreznem jeklu.

Kovinske površine je mogoče jedkati tudi z ionskim bombardiranjem. Uporabljajo se ioni plemenitih plinov z energijo med 5 in 15 keV. To jedkanje je uporabno za vse kovine. Postopek je drag in zato se ga splača uporabiti le v primerih, ko hočemo odkriti strukturo posebnih kovin ali pa posebne detajle strukture.

2. Kvantitativne metode metalografske analize

Velikost kristalnih zrn najlažje in z zadostno natančnostjo določamo s štetjem ali s primerjavo z etaloni, ki so normirani na primer v ZDA in v SZ. Množino nekovinskih vključkov smo po klasičnih postopkih določali na podobne načine. Stetje je dajalo dobre rezultate, vendar so trajale predolgo analize mnogih mikroskopskih polj, ki so potrebne, da bi dobili realno povprečje. Sovjetski standardi s področja metalografske preiskave kovin imajo tudi etalone za določitev razmerja med množinami posameznih komponent mikrostrukture npr. med bainitom in martenzitom, med perlitom in feritom itd. Zelo se uporabljajo tudi etaloni za oceno oblike in velikosti grafitnih delcev v različnih litinah.

Kvantitativno fazno sestavo lahko točno določimo s planimetriranjem na medlici mikroskopa ali na mikroskopskih posnetkih. Ta postopek je natančen, vendar je zelo dolgotrajen, ker je potrebno planimetrirati veliko število mikroskopskih vidnih polj ali posnetkov, če hočemo dobiti realno povprečje. Zato ne prihaja v poštev za kontrolne in za serijske preiskave.

Napredek je omogočila uvedba integracijske mizice na mikroskopu in linijske analize. Z integracijsko mizico je postalo planimetriranje polavtomatsko in hitrejše, zato je bilo mogoče analizirati večje površine in določiti kvantitativni delež posameznih komponent. Vendar tudi ta postopek ni bil dovolj hiter, da bi ga lahko uporabljali pri kontrolnem serijskem delu. Zadnja leta so v razvoju ali že v prodaji popolnoma avtomatizirane naprave za metalografsko fazno analizo. Nekatere od njih delujejo na optični osnovi, druge pa na osnovi rentgenskih žarkov. Tu bomo opisali le eno napravo, ki deluje na optični osnovi, dve drugi napravi bomo opisali v odstavku o elektronski mikrosondi.

Prehodna stopnja k razvoju optičnih avtomatskih priprav so bile aparature, ki so s fotocelico registrirale optične intenzitete pri presevanju filmov ali plošč od metalografskih posnetkov. S pomočjo računalnika je mogoče take rezultate obdelati in določiti fazno sestavo. Do sedaj je edino televizijski mikroskop pokazal, da je primeren za serijsko delo. V tem mikroskopu se slika posname s televizijsko kamero in projicira na televizijski zaslon. Tu elektronska naprava zelo hitro izvrši linijsko analizo, vgrajen računalnik pa izračuna fazno sestavo. Na ta način deluje televizijski mikroskop Quantimet izdelek Metals Research Cambridge. Z njim je mogoče določiti kvantitativni

ploščinski delež različnih komponent mikrostrukture (npr. vključkov, perlita, ferita, bainita, karbidov itd.), če se le analizirane faze dovolj razlikujejo v optičnem kontrastu druga od druge oz. od osnove. Tako je mogoče posamezne izmed njih diskriminirati. Zato je važno, da je površina obruska tako jedkana, da je kontrast med preiskano fazo in drugimi čim večji. S pomočjo mikroskopa Quantimet avtomatsko določimo naslednje podatke:

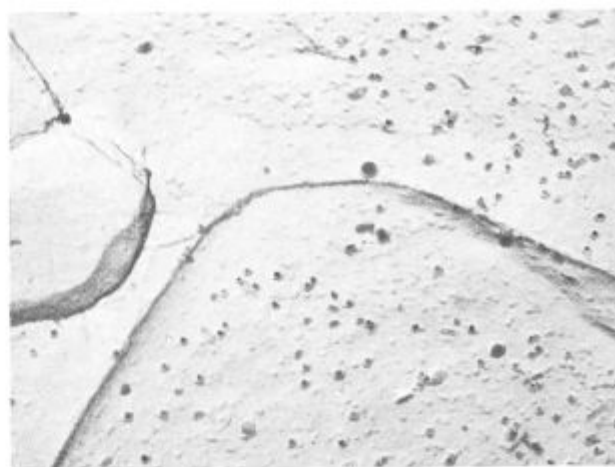
- število zrn analizirane faze na enoto površine,
- faktor oblike teh zrn,
- ploščinski delež zrn v procentih,
- poprečno velikost zrn v opazovani smeri in
- razdelitev zrn v izbrane velikostne razrede.

To je praktično vse, kar potrebujemo za popolno fazno analizo. Obruske za nalizo na Quantimet mikroskopu je potrebno pripraviti po enem izmed avtomatskih postopkov. Realne rezultate pa dobimo le s statistično analizo podatkov številnih mikroskopskih vidnih polj. S tem mikroskopom ne moremo določiti kemijske sestave posameznih faz. Po najnovejših podatkih iz strokovnega tiska sklepamo, da se mikroskop Quantimet uspešno uveljavlja.

3. Elektronska mikroskopija

Z optičnim mikroskopom lahko v optimalnih pogojih dosegamo ločljivost 0,5 mikrona. Večje povečave povečajo sliko, ne povečajo pa ločljivosti. Elektronski mikroskop uporablja elektrone, ki imajo mnogo manjšo valovno dolžino od vidne svetlobe in zato mnogo boljšo ločljivost od optičnih mikroskopov. Ločljivost dosega pri najboljših elektronskih mikroskopih že 2×10^{-8} cm. S takimi mikroskopi je praktično mogoče opazovati molekularne vrste. Vsi elektronski mikroskopi imajo še naprave za mikrodifrakcijo, s katerimi je mogoče identificirati drobne delce.

Klasično tehniko in direktne preiskave kovin s pomočjo odtisov ali replik površine obrusov je močno obogatilo neposredno opazovanje tankih kovinskih lamel, ki so prozorne za elektrone. Z opazovanjem takih lamel je mogoče določiti kristalno strukturo kovine, direktno je mogoče opazovati linijske kristalne napake npr. dislokacije in napake zloga, opazovati drobne izločke in določiti njihovo obliko, razdelitev, kristalizacijo in epitakcijo z osnovno kovino. Metode preiskave s pomočjo odtisov so dosegle tako popolnost, da je mogoče z replikami obvladati praktično vse probleme, ki se postavljajo pred elektronski mikroskop. Direktne in indirektno ogljene replike počasi izpodrivajo replike iz različnih organskih lakov in polimerov. Posebno uspešna je uporaba ekstrakcijskih ogljenih replik. S temi replikami lahko ekstrahiramo iz kovin praktično vse vrste drobnih izločkov, npr. karbide (slika 3), okside in intermetalne faze. Zato je mogoče točno določiti njihovo obliko, velikost in razdelitev,



Slika 3
 $\times 20.000$ — Ogljena replika ekstrahirana v brom etil alkoholu. Aluminijevi nitridi v jeklu z 0,03 Al in 0,007 % N.



Slika 4
 Elektronski uklonski diagram nitridnega zrna na sl. 3.

s pomočjo elektronskega mikrouklona (slika 4) pa še kristalizacijo in event. sestavo. Napredek predstavljajo dvostopenjske ekstrakcijske replike, katerih prednost je, da ne poškodujejo površine obrusa, zaradi raztapljanja v brom etilalkoholu. Elektronski mikroskop je nepogrešljivo orodje pri preiskavi prelomnih površin (glej točko 5).

Moderni elektronski mikroskopi imajo naprave za segrevanje, ohlajanje in plastično deformacijo vzorcev, imajo posebno napravo za opazovanje v magnetnem polju. Kombinirajo se še lahko s scanning pripravo (glej točki 4 in 6).

Elektronska mikroskopija je postala standardna raziskovalna in v mnogih primerih tudi kon-

trojna metoda v metalografskem laboratoriju. V naši državi je elektronska mikroskopija na metalurškem področju manj razvita, kot bi ustrezalo našemu industrijskemu potencialu.

4. PREISKAVA KOVIN Z ELEKTRONSKIM MIKROANALIZATORJEM

Z elektronskim mikroanalizatorjem lahko določimo elementno sestavo posameznih komponent mikrostrukture, katerih velikost ni manjša od 1–2 mikrona. Analiza je zanesljiva, če koncentracija elementa presega približno 0,1 %.

S standardnim elektronskim mikroanalizatorjem moremo določiti vse elemente z atomskim številom nad 4.

Elektronski mikroanalizator (slika 5) je sestavljen iz močnega vira elektronov (elektronske puške), optičnega mikroskopa za viziranje analiziranega mesta, kristalnih spektrometrov ter naprave za registracijo rentgenskih žarkov. Z elektroni bombardiramo vizirano mesto, tu nastajajo rentgenski žarki, katerih značilna valovna dolžina je odvisna od atomskega števila elementa. Zarke ločimo z uklonom v kristalu in izmerimo njihovo intenziteto, ki je proporcionalna v koncentraciji elementa.

S pomočjo posebne priprave (angl. scanning, franc. balayage) je mogoče avtomatsko določiti koncentracijsko razdelitev elementov na področju opazovalne površine z velikostjo do $0,5 \times 0,5$ mm. Pri »scanning« analizi z elektroni otipamo podobno, kot to dela s svetlobo v televizijski snemalni kameri, v zaporednih črtah celo področje, lokalne intenzitete rentgenskih žarkov spremenimo v črno-bele kontrastne točke na katodni cevi s spominskim zaslonom, kjer jih fotografiramo. Tako dobljena črno-bela slika razdelitve različnih elementov na analizirani površini je zelo verna in jasna (slika 6).

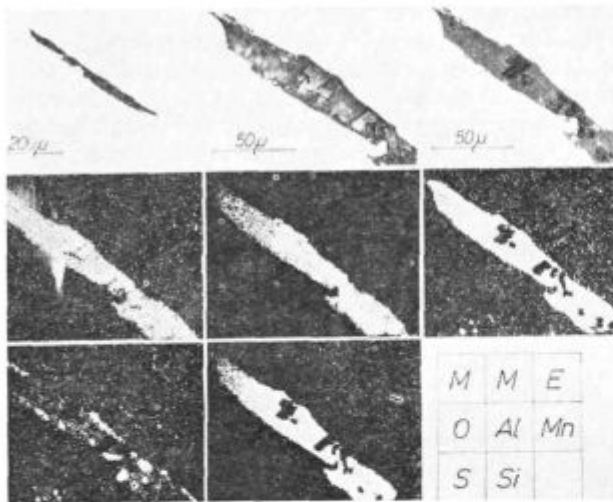
Obstojajo tudi scanning elektronski mikroskopi. Z njimi je mogoče napraviti posnetke reljefnih prelomnih površin, ki dajejo zelo prostorsko predstav o obliki preloma.

Scanning slike dajejo že semi-kvantitativno fazno sestavo analizirane površine, popolna bi bila mikrosonda, ki bi dala tudi kvantitativno fazno sestavo, če je le razlika v elementni sestavi med posameznimi fazami dovolj velika, kot je v večini primerov. Z analizo scanning slik je mogoče določiti podobne informacije kot s Quantimet mikroskopom, zraven pa še določiti elementno sestavo posameznih faz.

Taka naprava je »števec vključkov« (angl. Inclusions counter), ki je namenjen za določanje



Slika 5
Elektronska mikrosonda, izdelek firme Jeolco.



Slika 6

Scanning slika, posneta na elektronski mikroskopi. Razdelitev različnih elementov v nekovinskem vključku.

nekovinskih vključkov. Deluje na osnovi logične analize vsaj dveh, lahko pa tudi več karakterističnih dolžin rentgenskih žarkov, ki istočasno izhajajo iz istega mesta, ki ga bombardiramo z elektroni, npr. žarke mangana in žvepla za vključke manganovega sulfida. Števec kvantitativno razvršča nekovinske vključke v 12 izbranih kategorij oz. 3 tipa vključkov v 4 velikostne razrede. Za analizo enega mikroskopskega vidnega polja na tej napravi je potrebno 3–60 sek., kar je zelo ugodno. Slaba stran naprave je v tem, da deluje zanesljivo le, če se karakteristični element v vključku kvalitativno razlikuje od osnove.

Popolnejša naprava je tako imenovani fazni integrator. Osnova za ločenje faze v tej napravi je minimalna intenziteta rentgenskega sevanja določenega elementa. Ta vrednost se elektronsko diskriminira in se pri scanning linijski analizi registrirajo le področja večje intenzitete. Naprava je uporabna, le če so med fazami zadostne razlike v koncentraciji analiziranih elementov, da je elektronska diskriminacija malih koncentracij zanesljiva. Za analizo področja s površino $0,5 \times 0,5$ mm potrebuje sedaj naprava 10–20 min., kar je preveč. Pričakujejo pa, da se bo naprava še izpopolnila in se bo čas analize zmanjšal največ na 10 sek., kar bo omogočilo njeno splošno uporabo.

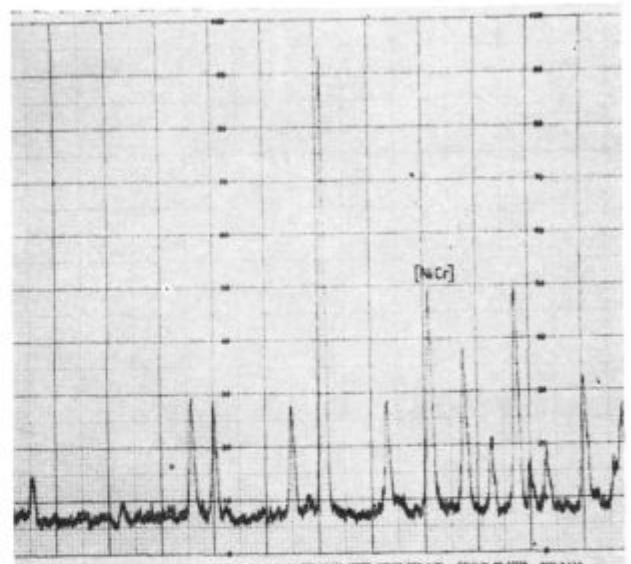
Zaenkrat sta obe napravi števec vključkov in fazni integrator v preiskusu, čeprav je zadnja naprava tudi že v prodaji.

5. PREISKAVA KOVIN S POMOČJO STRUKTURNEGA RENTGENA

Rezultati preiskave kovin s pomočjo rentgenskih žarkov so bili osnova za določitev kristalne strukture vseh trdnih snovi, tudi kovin. Ta panoga metalografske analize je zelo dovršena. Zadnja leta v njenem razvoju ni vsebinsko novih stvari,

temveč se metode izpopolnjujejo in prilagajajo na specifične probleme, aparature pa se avtomatizirajo. Rentgenske kamere se uporabljajo le za kvalitativne preiskuse in za preiskave po Lauepostopku. Kvantitativne preiskuse s fotometričnim filmom, dobljenih v kamerah, je nadomestila uporaba spektrometrov, na katerih z Geigerjevo cevjo ali drugo podobno napravo, ki registrira uklonjene rentgenske žarke, izmerimo intenziteto žarkov, jo registriramo na papir (slika 7) in nato grafično iz vrednotimo s planimetriranjem. Zadnja leta pa so že v prodaji naprave, ki planimetriranje izvršijo z avtomatskim integriranjem množine uklonjenih žarkov, kar olajša izračun kvantitativne sestave. Podobne naprave, ki ne izkoriščajo uklonskih žarkov, namreč sekundarno žarčenje, ki nastane zaradi absorpcije rentgenskih žarkov v snovi (fluorescentni žarki), se lahko uporablja za avtomatizirano elementno analizo kovin. Tudi za analize tekstur so že avtomatske naprave, ki zelo skrajšajo čas potreben za določitev tečajne figure.

Poglejmo katere so slabe strani rentgenskih metod za kvantitativno fazno analizo. Te naprave imajo majhno splošno občutljivost. Ta ne dovoljuje, da bi se v kovinah uspešno analizirale faze prisotne v majhnih množinah, ki pa imajo lahko bistven vpliv na lastnosti kovine. Malokdaj lahko določimo množine pod 2 %. Reprodukcijska in zanesljivost je razmeroma slaba tudi v začetnih zaznavnih koncentracijah, zato tudi z zelo skrbnim delom ne dosegamo vedno pričakovanih rezultatov. Rentgenska fazna analiza ne daje navadno nobenih podatkov o obliki in razdelitvi analizirane faze. Nemajhna pomanjkljivost je tudi dejstvo, da trajajo analize precej dolgo, zato je težko dobiti realne rezultate na makroskopsko heterogenih vzorcih.



Slika 7

Registrirni diagram analize trdnine $Cr_7C_3 - 15 Ni$ na strukturnem rentgenu z difraktometrom. Vrhovi ustrezajo značilnim uklonskim črtam za karbid Cr_7C_3 in trdno raztopino kroma v niklju.

Sodobne rentgenske strukturne naprave imajo dodatke za segrevanje, ohlajanje in deformacijo vzorcev.

S posebno rentgensko kamero se lahko napravi mikro-radiografska preiskava kovin. Pri tej preiskavi vzorce, ki imajo obliko tankih lamel, presvetlujejo z monohromatskimi rentgenskimi žarki. Zaradi razlik v absorpciji med posameznimi fazami in osnovo kovine, dobimo na filmu črno-belo sliko razdelitve posameznih faz v kovini. Z uporabo skrbno filtrirane monohromatske svetlobe in fino-zrnatega filma dobimo posnetke, ki so zadosti kvalitetni, da jih lahko 100 in večkrat povečamo z ločljivostjo, ki ne zaostaja za ločljivostjo mikroskopskih posnetkov pri isti povečavi.

Namesto rentgenskih žarkov se za uklonske preiskave lahko uporabijo nevtronski žarki. S pomočjo uklona nevtronov lahko določimo v kovinah teksturo, smerne magnetne lastnosti, termične lastnosti in valenčno razdelitev elektronov v kristalu. Te preiskave so precej komplicirane in zato se uporabljajo le pri specializiranih fizikalnih problemih.

6. PREISKAVA PRELOMNIH POVRŠIN

Prelomna površina je metalurgom bogat vir podatkov o kovini. Na njej lahko opazimo različne notranje napake, ugotovimo vrsto obremenitve, ki je prelom povzročila, ugotovimo morfologijo in naravo preloma in druge podatke, ki nam omogočijo, da si ustvarimo sliko o zgradbi, homogenosti in lastnostih kovine. Na oceni prelomne površine so osnovane nekatere klasične metode za preiskavo jekla: npr. ugotavljanje optimalne temperature kaljenja po Shepperdu na osnovi videza preloma, metoda za oceno makroskopskih nehomogenosti v jeklu (UJŽ, Interni standard 660.2-1964).

Prelomne površine lahko opazujemo v optičnem mikroskopu le izjemoma, ko so zelo ravne. Optični mikroskop ima namreč že pri sorazmerno majhni povečavi majhno globinsko ostrino. Pač pa vse prelomne površine z uspehom lahko pregledamo v presevnem elektronskem mikroskopu, ki ima kljub veliki povečavi veliko globinsko ostrino ali pa v scanning elektronskem mikroskopu. To metodo preiskave kovin imenujemo mikrofraktografijo.

Za opazovanje površin v presevnem mikroskopu lahko uporabimo enostopenjske in dvostopenjske replike. Enostopenjske replike pripravimo tako, da na prelomno površino naporimo ogljik, nato pa ogljeni film ločimo od površine z raztapljanjem v brom-etil alkoholu. Tako pripravljene replike verno predstavljajo prelomno površino. Na njih se ekstrahirajo nekovinski delci, ki so bili na prelomni površini ali pa tik ob njej. Dvostopenjske replike pripravimo tako, da površino preloma vtisnemo v zmehčano organsko maso, npr. rodoid, pustimo strditi in nato prelom odtrgamo. Na odtis

preloma v organski masi naporimo ogljeno repliko in jo nato ločimo z raztapljanjem v primernem organskem topilu. Tudi ta metoda daje verne slike prelomne površine, vendar ne dobimo ekstrahiranih nekovinskih delcev. Pred enostopenjskimi replikami ima prednost, da se ne poškoduje preiskana površina. Mnogokrat dvostopenjski odtis pripravimo samo kot predstopnjo z namenom, da prelomno površino dobro očistimo. Na osnovi mikrofraktografskega videza lahko ocenimo vrsto preloma: žilav (slika 8), krhek (slika 9), trenuten ali trajen; ocenimo potek preloma: intrakristalen ali interkristalen (slika 10) in, kar je zelo važno, lahko presodimo, ali so in kako so nekovinski delci v kovini vplivali na prelom. Mikrofraktografska slika je praktično edini način, da lahko ugotovimo absorpcijsko krhkost kovine.



Slika 8

2000 × — Direktna ogljena replika ločena z brom-etil alkoholom. Intrakristalna žilava prelomna površina jekla za cementacijo.



Slika 9

2000 × — Direktna ogljena replika ločena z brom-etil alkoholom. Interkristalna krhka prelomna površina jekla za cementacijo.



Slika 10

× 2000 — Direktna ogljena replika ekstrahirana z brom-etil alkoholom. Interkristalna prelomna površina nastala zaradi številnih drobnih karbidnih ploščic po kristalnih mejah. Nerjavno jeklo tipa 18/8, žarjeno 48 ur pri 650°C.

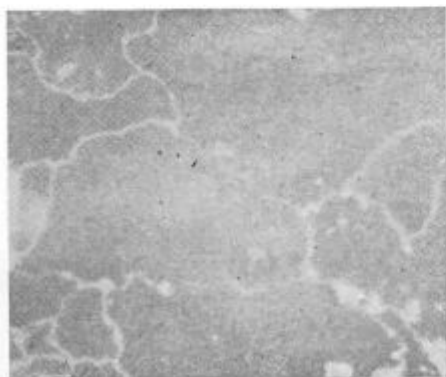
Mikrofraktografija se kot tehnika preiskave kovin vse bolj uporablja. Obstaja celo mikrofraktografski atlas jekla, ki je v veliko pomoč pri tolmačenju mikrofraktografskih slik. V naši državi je kot standardna raziskovalna metoda vpeljana samo na Metalurškem inštitutu v Ljubljani.

7. POSEBNE METODE ZA METALOGRAFSKO PREISKAVO KOVIN

V tem odstavku bomo na kratko opisali 3 metode za preiskavo kovin: autoradiografsko, neporušno metalografijo in direktno opazovanje kovin pri visokih temperaturah.

a) Autoradiografska preiskava kovin

Če kovino, v kateri je legiran radioaktivni element, postavimo na fotografsko emulzijo, ustvarijo radioaktivni žarki na emulziji sliko razdelitve tega elementa. Zato je autoradiografska preiskava zelo primerna za ugotavljanje razdelitve elementov



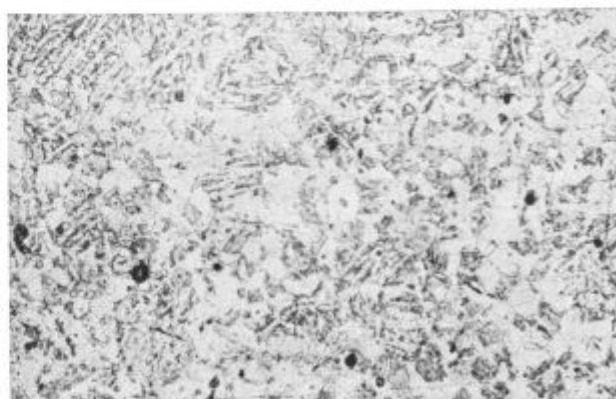
Slika 11

× 6 — Autoradiografija. Osiromašenje kristalnih mej v železu z 0,001 % S zaradi žarjenja v vakuumu pri 800°C.

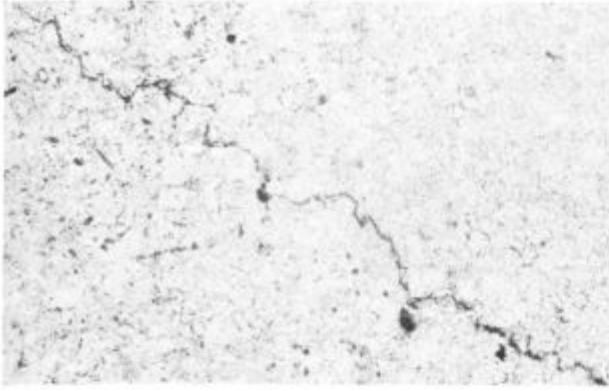
v kovinah, to je za preiskavo makro in mikro izcej. Samo v posebnih primerih, ko imamo opravka z elementi, ki sevajo alfa žarke, je ločljivost nekaj mikronov, v večini primerov pa autoradiografije lahko povečamo koristno največ 50-krat, kar pomeni, da je ločljivost sorazmerno slaba. Lahko pa jo bistveno povečamo s pripravo zelo tankih vzorcev (lamel) ali pa če na poseben način pripravljamo fotografsko emulzijo. Metoda ima izredno občutljivost. Z autoradiografijo lahko z uspehom ugotovimo razdelitev elementov, ki so v kovini v množini 0,0001 % ali še manj (slika 11). Enako je uspešna, če je analizirani element dodan v aktivni obliki v kovino, ali pa če se že legiran aktivira. Autoradiografijo lahko pripravimo že pri zelo majhni radioaktivnosti kovine, ko ni nobene nevarnosti zaradi sevanja. Zato jih lahko pripravljamo v normalno opremljenih metalografskih laboratorijih.

b) Neporušna metalografija

Mnogokrat želimo napraviti preiskavo kovin, ne smemo pa predmeta poškodovati, oziroma razrezati, da bi napravili obrusek primeren za opazovanje na mikroskopu. V takem primeru ročno, strojno ali elektrolitsko zbrusimo in spoliramo del površine predmeta, ki nas zanima, jo jedkamo in jo opazujemo s pomočjo prenosnega mikroskopa. Delo s tem mikroskopom je mnogokrat zelo naporno, mnogo točk na izdelkih, na primer krivine ali ogli, niso dosegljive za opazovanje. Zato se namesto prenosnega mikroskopa vse bolj uporablja preiskava s pomočjo odtisov. Na mestu, ki nas zanima, napravimo odtis in ta odtis nato pregledamo v mikroskopu kot normalne obruse. Za odtise lahko uporabljamo posebne snovi, katere dobavljajo nekatere specializirane firme za metalografski material, zelo uspešni pa so tudi odtisi iz lakov. Z 2 % raztopino laka v topilu, npr. formvarja v acetonu, premažemo večkrat pripravljeno mesto, pustimo posušiti, utrdimo z drugim premazom npr. s 4 % raztopino kolodija v kloroformu, odtis odlepimo in pregledamo na mikroskopu. Dobro pripravljeni odtisi verno prikazujejo preiskano površino (slika 12 in 13).



Slika 12



Slika 13

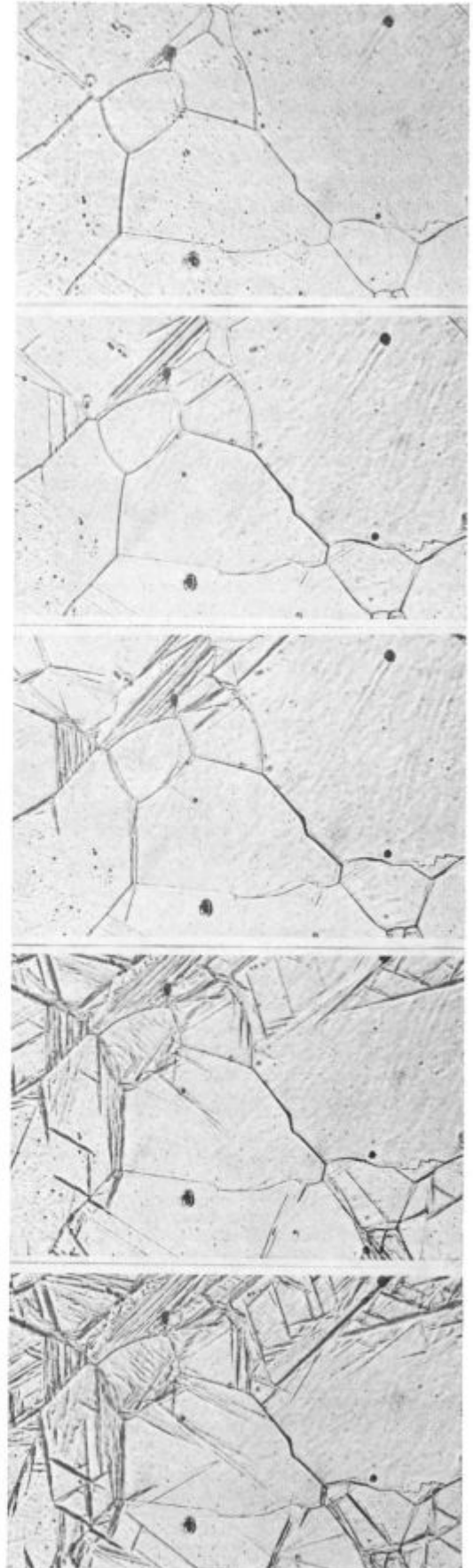
100 × — Odtisi strukture jekla v notranjosti bobna parnega kotla. Normalizirana feritno bainitna struktura (sl. 12) in kalilna struktura z razpokami pod zvarom (sl. 13).

c) Visokotemperaturna mikroskopija

Nekatere firme izdelujejo posebne peči, v katerih lahko kovine segrejemo na visoke temperature, tudi do 1700°C, in jih vroče neposredno opazujemo v mikroskopu. V peči mora biti vakuum ali varovalna atmosfera, da opazovana površina kovine ne oksidira. Največja povečava navadno ne presega 300-krat. Mikroskop lahko z uspehom uporabljamo za opazovanje različnih površinskih pojavov, npr. interakcije med atmosfero in površino kovine, lahko pa opazujemo vse strukturne pojave, ki jih odkriva termično jedkanje, ali pa povzročajo v kovini volumenske spremembe, ki spreminjajo obliko reliefa na opazovani površini. Taki pojavi so alotropske modifikacije, npr. bainitna (slika 14) in martenzitna premena, nataljevanje kovin, izločanje, kristalizacija, rekristalizacija in drugo. Potrebno je imeti zadostne izkušnje, da bi bilo delo uspešno in da bi bilo tolmačenje rezultatov pravilno. Visokotemperaturna mikroskopija se uveljavlja kot specifična veja metalografske preiskave.

8. PERSPEKTIVE RAZVOJA METALOGRAFSKE PREISKAVE KOVIN

Metalografska preiskava kovin se razvija na dveh področjih: na področju standardnih preiskav, katerih rezultati so v neposredno pomoč pri presoji tehnološkega postopka izdelave, predelave in termične obdelave kovin, ter osnova za presajo primernosti kovine za uporabo in na področju specializiranih metod preiskave, ki so potrebne pri razvoju novih zlitin ali poboljšanju lastnosti tistih zlitin, ki so že v uporabi. Uporabniki zahtevajo vse boljšo kakovost jekla in kovin, s podatki elementne analize pa te kakovosti ne moremo vedno objektivno presoditi. Zato je potrebno, da



Slika 14

× 200 — Sekvence bainitne transformacije Cr-Ni-Mo jekla za poboljšanje pri 400°C.

se razvijejo in začnejo uporabljati metode, ki omogočajo kvantitativno fazno analizo kovin. Vzporedno s temi metodami bo potrebno razvijati tudi naprave, s pomočjo katerih bo mogoče kvantitativne fazne analize izvršiti avtomatsko na osnovi uklonjenih ali emitiranih rentgenskih žarkov, ali pa izkoriščale dosedaj neizkoriščene principe.

Take naprave bodo morale fazno analizo posameznega mikroskopskega vidnega polja izvršiti hitro (največ v nekaj 10 sekundah) tako, da bo mogoče izvršiti analizo na mnogih točkah kovinske površine in tako statistično določiti realno poprečno sestavo. Proizvajalci kvalitetnih jekel, bodo morali take naprave vpeljati v svoje raziskovalne in kontrolne laboratorije, če bodo hoteli slediti splošnemu trendu razvoja v tehnično naprednih državah. Da bi uspešno izvršili kvantitativno fazno analizo so potrebni brezhibno in enakomerno izdelani obrusi. Manuelno delo priprave brusov bo potrebno avtomatizirati. To je v tujini že več ali manj izvršeno, pri nas je še malo takih naprav.

Elektronska mikrosonda in elektronski mikroskop sta postala standardno orodje vsakega resnega razvojnega dela. V bodočnosti se pa lahko pričakuje da se bo uporaba obeh instrumentov razširila s področja raziskovalne tematike na področje neposrednih kontrolnih preiskav.

Literatura

E. Plöckinger in G. Dorfler: Moderne Verfahren der stereometrischen Analyse;
Radex Rundschau, 1967, št. 3—4, str. 777—781.

B. Dudek: Die Anwendung des Quantimet in Metallographie;

Radex Rundschau, 1967, št. 3—4, str. 790—794.

F. Hofer: Erfahrungen beim Einsatz eines Fernschmikroskopes in einem Stahlwerk;

Radex Rundschau, 1967, št. 3—4, str. 794—805.

P. Scaaat in H. J. Schiller: Die Anwendung der Ionenätzung in der Metallographie;

Radex Rundschau, 1967, št. 3—4, str. 742—749.

H. E. Buhler: Ein Beitrag zur Gefügeentwicklung durch Interferenz — Aufdampfschichten;

Radex Rundschau, 1967, št. 3—4, str. 672—678.

F. Vodopivec, V. Marinković in L. Kosec: Uvajanje metode mikrofraktografije pri raziskavah metalurških problemov v zvezi z mehansko tehnološkimi lastnostmi jekel;

Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, nov. 1964.

F. Vodopivec: O upotrebi autoradiografija za ispitivanje metala;

Tehnik — Radioaktivni izotopi i zračenja, 1964, št. 3, 419—428.

F. Vodopivec in L. Kosec: Ispitivanje metala u mikroskopu kod visokih temperatura;

Tehnika — Rudarstvo i metalurgija, 1965, br. 9, 193—203.

J. Sinkovic, J. Megušar in N. Majcen: Studije izolacije in separacije karbidov iz jekel;

Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, marec 1967.

G. Petzow, L. Gessner in D. Hölscher: Über die Schliiffherstellung nach den Vibrationsverfahren;

Zeitschrift für Metallkunde, 53, 1962, št. 8, 535—540.

G. Reinacher: Die Anwendung des Elektrowischpolierens auf Eisen-Alluminium und Magnesium Werkstoffe;

Berg — und Hüttenmännische Monatshefte 109, 1964, št. 3, 62—65.

G. Henry in J. Plateau: La Microfractographie;

Editions Metaux, St. Germain en Laye, 1966.

ZUSAMMENFASSUNG

Im kurzen sind im Artikel die gebräuchlichsten Methoden für die metallographische Untersuchung der Metalle beschrieben, und zwar: Makro- und Mikrountersuchungen am optischen Mikroskop, Methoden für die quantitative Phasenanalyse, mikrofraktographische Untersuchungen und Untersuchungen mit dem Elektronenmikroskop, Untersuchungen mit dem Feinstrukturröntgen und Mikro-

sondenuntersuchungen, Hochtemperaturmikroskopie, Autoradiographie und die zerstörungsfreie Mikroskopie mit der Hilfe von Ausziehadrücken.

Am Anfang und bei den einzelnen Methoden ist auch die Art der Probenvorbereitung beschrieben. Zum Schluss ist noch eine kurze Analyse über Aussichten der künftigen Entwicklung der einzelnen Untersuchungsmethoden und Methoden für die Probenvorbereitung gegeben.

SUMMARY

The most used methods in metallographic investigation of metals are shortly described in the paper: macro- and microinvestigations in the optical microscope, methods for quantitative phase analysis, microfractographic investigations and investigations with electron microscope, X-ray investigations of structure and electron probe microana-

lyzer investigations, high-temperature microscopy, autoradiography and nondestructive microscopy by replicas. In general also the way of sample preparations is described in the beginning of the paper and with single methods. At the end the author shortly analyzes the prospects of development of single investigation methods and sample preparation methods.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В статье кратко рассмотрены методы которые находятся в употреблении при metallografическом испытании металлов т.е.: макро и микро испытание при помощи оптического микроскопа, метода количественно фазного анализа, микрофрактографическое испытание, испытание с электронным микроскопом, рентгеноструктурное испытание, электронный микроанализ, высокотемпе-

ратурная микроскопия, авторадиграфия и, наконец, микроскопия без разрушения, соблюдение повторения.

В начале, при описании отдельных методов указано также на способы приготовления образцов. В заключении автор дает краткий анализ перспективы развития отдельных методов испытания для приготовления необходимых образцов.