

L. Kosec, mag. dipl. inž., F. Vodopivec, dr. dipl. inž.
Metalurški inštitut Ljubljana

DK 620.186
ASM/SLA: S 11 d

Uporaba metode mikrofraktografije

Članek obravnava uporabo elektronskega mikroskopa pri študiji prelomnih površin različnih jekel. Opisuje eksperimentalno tehniko priprave preparatov za mikroskopiranje in osnovne morfološke oblike prelomnih površin, ki nastajajo pri različnih vrstah prelomov.

1.0. UVOD

Optični metalografski mikroskop ne more več zadostiti vsem zahtevam, ki se postavljajo metalografskim laboratorijem. Mnoge mikrostrukturne komponente, ki odločilno vplivajo na lastnosti kovinskih materialov, so znatno manjše od ločilne možnosti optičnega mikroskopa. Slabost optičnega mikroskopa je tudi ta, da pri velikih povečavah praktično nima nobene globinske ostrine, kar zahteva posebno tehniko priprave vzorcev za opazovanje v optičnem mikroskopu.

Elektronski mikroskop pa odlikuje velika ločilna zmožnost, saj večina rutinskih mikroskopov lahko loči točki, ki sta med sabo oddaljeni manj kot 20 Å vrhunski elektronski mikroskopi pa ločijo že točki, ki sta narazen manj kot 5 Å. Vse to je več kot zadosti za zahteve metalografije. Velika odlika elektronskega mikroskopa je tudi globinska ostrina, ki omogoča opazovanje zelo reliefnih površin. Po drugi strani pa je tehnika priprave preparatov mnogo bolj zapletena kot za optični metalografski mikroskop. V večini elektronskih (transmisijskih) mikroskopov, ki so sedaj v rabi, opazujemo v presewni svetlobi odtise površine kovin — replike. Skoraj enak obseg pa je že zavzelo direktno opazovanje tankih kovinskih folij, debelih nekaj 100 Å, ki se na različne načine pripravijo iz masivnih vzorcev.

Vendar v nekih primerih uporabe verjetno tanke folije ne bodo mogle nikoli izpodriniti replik. Tak primer imamo tudi v mikrofraktografiji. Replike ali odtisi površin vzorcev, ki so za elektrone

neprozorni, omogočajo opazovanje njihove površine v elektronskem mikroskopu. Replike so najbolj v rabi za spoznavanje strukture masivnih vzorcev tako poliranih kot jedkanih kovin in zlitin, prelomov, drobnih delcev...

Replika je tanka folija iz materiala, ki je prozoren za elektrone, ki povsem točno in verodostojno ustreza formološkimi in topološkimi značilnostim preiskovanega vzorca. Prve replike iz plastične snovi (kolodij) je že pred približno tridesetimi leti izdelal Mahl.

Do danes so objavili mnogo načinov izdelave replik^{5,6}. Tudi preparativna tehnika je izredno raznovrstna. Danes je verjetno najbolj razširjena metoda, katero je razvil Bradley. Ta je prvi izdelal ogljeno repliko. Z naknadnim senčenjem in z izdelavo elektrod vrste oglje-platina, je vrednost tega načina še pridobila.

Kontrast, ki nastane pri opazovanju v elektronskem mikroskopu je v večini primerov zelo slab. Povečamo ga s senčenjem. Pod poševnim kotom se v vakuumu napari tanek film materiala, ki prepušča malo elektronov.

Znani sta dve poti izdelave replik. Po enem načinu se replike pripravijo tako, da se nanese material replike neposredno na vzorec. Potem, ko ločimo repliko s površine jo lahko gledamo v elektronskem mikroskopu. Take replike so enostopenjske ali direktne.

Po drugem načinu nanesemo na površino vzorca plastičen material, da odtisnemo vanj vse površinske značilnosti preiskovanega vzorca. Sklepno repliko napravimo na tem prvem odtisu. Mnogokrat lahko za prvi odtis uporabimo kovino, katero galvansko nanesemo na preiskovano površino in potem ločimo na različne načine (npr. nikelj). Ta način izdelave replik imenujemo dvostopenjski; znane so pa tudi tri in štiristopenjske metode. Le-te so zelo zapletene in nepriporočljive, ker zelo pade tudi kvaliteta sklepne replike. Velika prednost dvostopenjskega načina je, da ohrani preiskovano

površino nepoškodovano, kar se pri enostopenjskem načinu večinoma ne zgodi.

Izbira najprimernejšega načina izdelave replik je odvisna od lastnosti preiskovanega vzorca. Nobena teh poti izdelave replik ni univerzalna, saj je bila izdelana večina znanih metod za dokaj specifične namene.

Z mikrofraktografskim pregledom prelomov kovin in zlitin lahko pridemo do pomembnih ugotovitev o mehanizmu preloma². Ta metoda velja za zelo primeren način ugotavljanja vzrokov porušenj različnih konstrukcijskih elementov. Zaradi velike globinske ostrine in ločilne zmožnosti je elektronski mikroskop še posebno nepogrešljiv pri preiskavah prelomnih površin. V strokovni literaturi je objavljenih že več atlasov mikrofraktografij^{1,3,4}.

2.0. EKSPERIMENTALNA TEHNIKA

Za praktične preizkuse smo uporabili tri jekla: jeklo za cementacijo Ck 15, nerjavno jeklo vrste 18/8 in ogljikovo jeklo C 45. Jekla smo toplotno obdelali na različne načine. Tudi načini mehanske obremenitve so bili različni. Prvi dve jekli smo prelomili pri žilavostnem preizkusu, zadnje pa smo preizkusili na utrujenost. Vzorec jekla 18/8 smo gasili z vodo s temperature 1100° C. Nekaj preizkusnih palic smo nato različno dolgo žarili izotermno pri 600, 700, 750 in 850° C.

Epruvete jekla Ck 15 smo kalili s temperature 800° C in 1 uro popuščali pri temperaturah 150 in 250° C.

Jeklo C 45 smo kalili s temperaturo 880° C v olju in popuščali v temperaturnem intervalu 480...575° C. Temperatura izotermnega kaljenja je bila 450° C, normalizirali pa smo pri temperaturi 900° C.

Večino preizkušancev iz jekel 18/8 in Ck 15 smo prelomili pri temperaturi tekočega dušika, vzorce jekla C 45 pa pri navadni temperaturi. Obremenitev je bila sestavljena iz samega upogiba in same torzije ali pa iz kombinacije obeh v razmerju (7/3 oz. 3/7). Velikost obremenitev je bila tolikšna, da se je večina palic prelomila največ že pri nekaj 100.000 nihajih. Nekatere so se prelomile že prej. Kaljene palice, obremenjene s čisto torzijo, pa sploh nismo mogli prelomiti.

Pri pripravi preparatov za elektronski mikroskop smo uporabili tehniko enostopenjskih in dvo-stopenjskih replik.

Izdelali smo jih tako, da smo v vakuumu naparili oglje direktno na površino preloma, ali pa da smo površino preloma odtisnili v plastičen material in nato naparili oglje na negativ.

Po obeh načinih pripravljene replike imajo svoje prednosti in pomanjkljivosti. Priprava direktnih replik ni delala eksperimentalnih težav. Po

naparjanju v vakuumu smo jih ločili na več načinov: mehansko z želatino in z elektrolitskim ali kemičnim raztapljanjem osnovne kovine. Ločenje z želatino ne poškoduje kovinske površine, ločenje na druga dva načina pa poškoduje v vsakem primeru preiskovano površino.

Na naparjeno plast smo kanili nekaj kapljic vodne raztopine želatine, ki se po cca 1 dnevu strdi in dovolj utrdi, odstopi in vzdigne s površine ogljeni film. Želatino smo razrezali na kvadratke velikosti nosilnih mrežic za elektronski mikroskop. Te koščke smo položili na površino vode tako, da je bila naparjena plast obrnjena navzgor, in segregali med 60...70° C.

Želatina je odstopila, ogljena replika pa je splavala na površino. Po večkratnem spiranju v topli vodi so bile replike primerne za opazovanje v elektronskem mikroskopu.

Pri zelo reliefnih prelomih pa se tak način ločitve ne obnese, ker se replike na ostrih mestih trgajo, pa tudi želatine ne moremo odstraniti z vseh mest.

Direktno repliko smo ločili tudi z elektrolitskim raztapljanjem, vendar se je tudi v tem primeru film na ostrih robovih kdaj pretrgal. Razmere pa morajo biti takšne, da se na anodi še ne razvijejo plini, saj lahko močno poškodujejo replike ali pa jih povsem raztrgajo.

Na podoben način smo ločili replike od površine tudi s kemijskim raztapljanjem površine pod naparjeno plastjo. Naparjeno plast smo razrezali na delce, ki ustrezajo velikosti nosilne mrežice. Na teh rezih in deloma skozi naparjeni film nastaja kontakt med površino in topilom. Ko se raztopi vrhnja plast kovine ob replikah splavajo te v večini primerov na površino, kjer jih lahko polovimo.

Pri fraktografskih preiskavah, pa tudi pri pravi replik na raznih (poliranih ali jedkanih) površinah, uporabljajo pri jeklu zelo pogosto za ločitev 5—15 % raztopine broma v etilalkoholu.

Ugodna je predvsem zato, ker so nastali bromidi topni v alkoholu, druge faze pa ne. Uporaba raztopine broma v etilalkoholu (tudi npr. v metilalkoholu ali metilacetatu) pri ločitvi omogoča po drugi strani tudi izdelavo t.i. ekstrakcijske replike. To je takšne replike, ki nosi poleg reliefnih značilnosti odtisnjene površine tudi heterogene komponente v jeklu npr. okside, karbide, nitride. S takšno repliko ne spoznamo samo morfoloških značilnosti teh delcev, temveč tudi njih porazdelitev v jeklu. Omogoča pa tudi identificiranje teh delcev z elektronskim uklonom.

Enostopenjske replike smo ločili s površine kovine z raztapljanjem kovine v 10 % raztopini broma v etil alkoholu. Čas ločitve replik od površine kovine je bil okoli pol ure. Replike smo 2...3-krat prenesli v svež alkohol in jih nazadnje polovili na nosilne mrežice.

Vsi trije načini ločenja pa imajo svoje pomanjkljivosti. S kemijskim ali elektrolitskim raztapljanjem poškodujemo površino in je zato praktično moč napraviti samo enkratne replike. Ločenje z želatino pa je zlasti na zelo reliefnih površinah še nepopolno in nezanesljivo. Teh pomanjkljivosti pa ni pri indirektnih replikah. Za pripravo indirektnih replik prelomov je rodoid zelo primerna snov za prvi odtis. To je plastični material, ki ga pred uporabo na površini zmečamo z acetonom.

Njegova odlika je v tem, da ga lahko enostavno mehansko ločimo s površine. Rodoid površine ne poškoduje, zato jo lahko večkrat odtisnemo. V nekaterih primerih smo celo opazili, da je rodoid »ekstrahirala« iz prelomne površine nekatere faze, kar pa pri tem postopku ni bistveno in s čimer tudi ne moremo vedno računati. Na ta način lahko očistimo že oksidirano površino preloma z enim ali dvema predhodnima odtisoma. Po tej poti dobimo povsem verodostojne in reproduktivne rezultate.

Indirektne replike smo pripravili tako, da smo odtisnili prelom v zmečan rodoid, ki smo ga imeli poprej 25...40 minut namočenega v acetonu. Ko se je rodoid popolnoma strdil, smo ga mehansko ločili s površine. Na prelomu smo primerno lokalizirali površino, katero smo želeli preiskati (npr. pri utrujenostnem prelomu). Nato smo v naporjavni napravi pod vakuumom nparili ogljeno plast pod skoraj pravokotno smerjo, saj večine prelomnih površin skoraj ni treba senčiti.

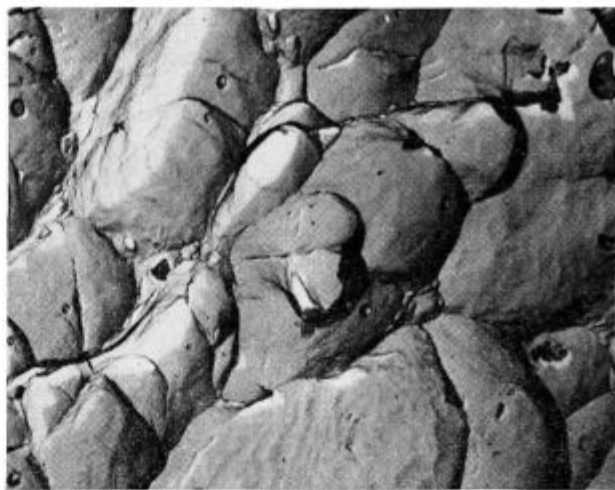
Naparjeno plast smo razrezali na kvadratke in postavili v aceton. Po 6...10 urah se je glavna količina acetona odtopila in so nekatere replike že lahko splavale na površine. Replike smo 2...3-krat prenesli v svež aceton, da so se odtopile še zadnje sledi rodoida. Nato smo jih položili na nosilne mrežice in posušili pod infra žarnico.

Mikroskopirali smo na elektronskih mikroskopih Zeis in Elmiskop 1 na inštitutu »Jožef Stefan« v Ljubljani.

3.0 REZULTATI

3.1. Žilavi (plastični) prelom

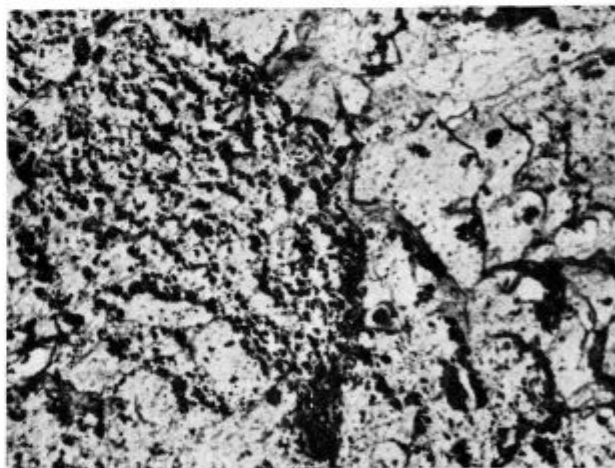
Videz žilavega (plastičnega) preloma je vedno enak in ima značilne oblike. Prelomno površino sestavljajo jamice (dimples), ki so konkavne na obeh prelomnih površinah (slika 1). Take jamice so Crussard in sodelavci opazili na prelomnih površinah različnih jekel ter aluminija, bakra, magnezija, cinka in nekaterih njihovih zlitin. Isti avtorji navajajo, da nastane taka jamica kot posledica troosnih napetosti v kovini, ki aktivirajo veliko število drsnih ravnin. Zato je kovina zelo plastična in drsi v številnih mikropremikih, ki imajo različno prostorsko orientacijo. Na dnu jamic pogosto lahko opazimo tuje delce (nekovinske vključke, karbide), kar kaže, da so ti v zvezi z nastankom jamic.



Slika 1

Jamice na plastičnem prelomu nerjavnega jekla vrste 18/8. Jeklo je bilo prelomljeno z udarcem na temperaturi tekečega dušika, pov. 3000 X, enostopenjska ogljena replika

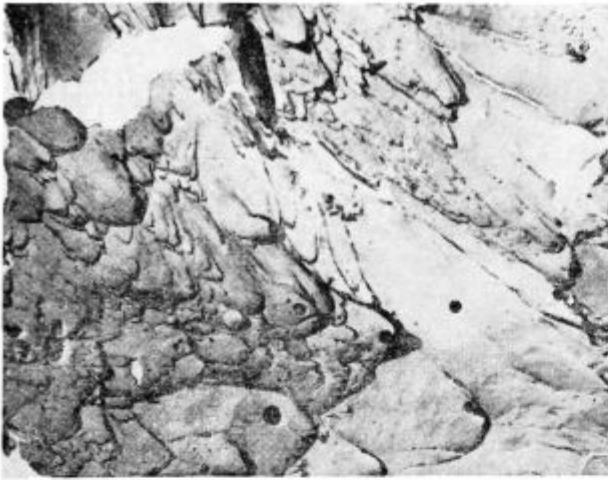
Na mikrofraktografijah opazimo njihove odtise (sl. 1, 3, 4), ali pa jih je moč direktno opazovati na ekstrakcijski repliki (sl. 2). Razpoka se odpre zaradi nakopičenja dislokacij ob tujem delcu z dekohezijo v tujem delcu ali kovini, ali pa na mejni površini obeh faz. Nesimetrične strižne napetosti pa te jamice še podaljšujejo (slika 3). Prelom se širi tako, da se jamice večajo, vse dokler se ne pretrgajo kovinske stene med njimi.



Slika 2

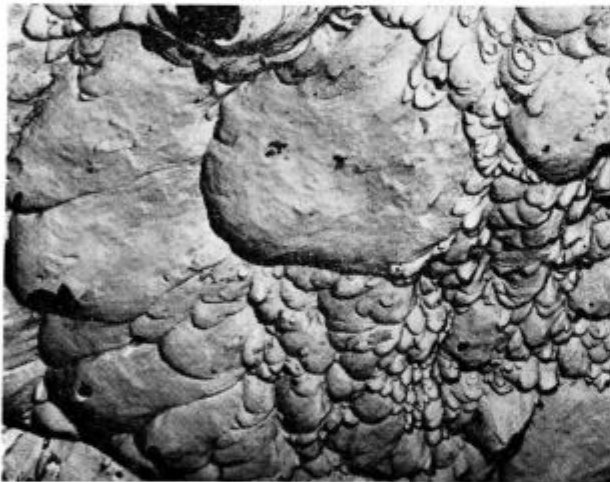
Prelomna površina žilavostne epruvete jekla vrste 18/8 (20° C), žarjeno 3 dni pri 600° C. Ekstrahirani karbidi, prelomna površina je deloma žilava, deloma intergranularna, pov. 4000 X, enostopenjska (direktna) replika

Tak mehanizem preloma ni povezan s strukturo materiala, temveč predvsem z njegovo plastičnostjo. Zato tudi ni opaziti nobene razločne povezave med velikostjo kristalnih zrn (feritnih ali avstenitnih kristalnih zrn v jeklu) in velikostjo jamic. Na sliki 4 vidimo različno velike jamice drugo poleg



Slika 3

Prelomna površina cementacijskega jekla Ck 15, prelomljena z udarcem pri temperaturi tekočega dušika, pov. 3000 ×, enostopenjska replika



Slika 4

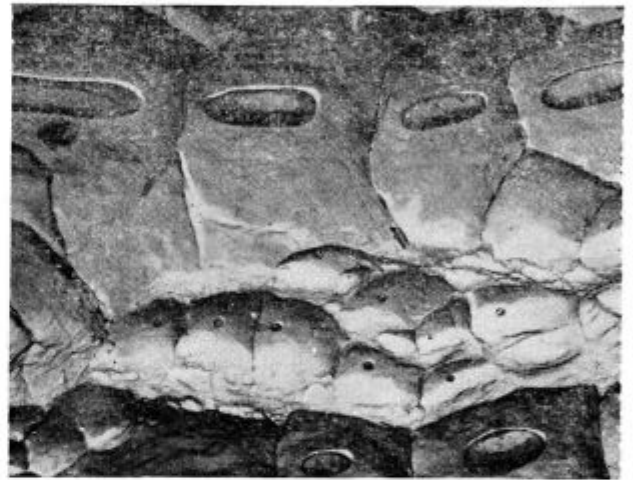
Jamice na prelomu avstenitnega jekla vrste 18/8 prelomljenega na temperaturi tekočega dušika. Zarjeno 2 uri na 850° C, pov. 3000 ×, enostopenjska replika

druge na isti prelomni površini avstenitnega jekla. Na sliki 5 pa vidimo zanimive primere ovalnih tvorb na vrhovih jamic, ki po vsej verjetnosti predstavljajo odtise ferita delta, saj smo ugotovili, da epruvete po gašenju niso imele karbidov niti niso odtisi nekovinskih vključkov. Če je res tako, potem ima ferit delta pri nukleaciji razpoke podobno vlogo kot druge heterogene faze. Navzočnost takih faz (ali njihovih odtisov) na vrhovih jamic vzbuja misel, da nastopa klasični plastični prelom samo, če so v kovini šibke točke, ki postanejo kali nastanka razpoke. Te šibke točke so lahko tudi mikrorazpoke ali pa mikrolunkerji. Na isti prelomni površini nastopa plastični prelom pogosto skupaj z elementi, ki so značilni za druge vrste prelomov (slika 6).

3.2. Dekohezija po razkoljivih ravninah (krhki lom)

Pri cepljenju napreduje prelom med atomi vzdolž ob določeni kristalni ravnini tako, da so hkrati udeleženi v prelomu samo atomi neposredno ob konici razpoke. Pri nizkih temperaturah se dajo cepiti tudi kovinski kristali, seveda pa še vedno manj popolno od sljude (npr. silicirani ferit se da razcepiti po ravnini kocke (100).

Cepljene ploskve niso praktično nikoli popolnoma ravne. Pri napredovanju preskoči prelom čez vijačno dislokacijo v paralelno kristalno ravnino in se tam nadaljuje. Na razkolni ploskvi ostane 1 Burgersov vektor visoka stopnica. Vijajnih dislokacij v kristalih je zelo mnogo, zato je tudi zelo veliko stopnic. Te se stekajo v obliki potokov (rek) v smeri napredovanja preloma (sli-



Slika 5

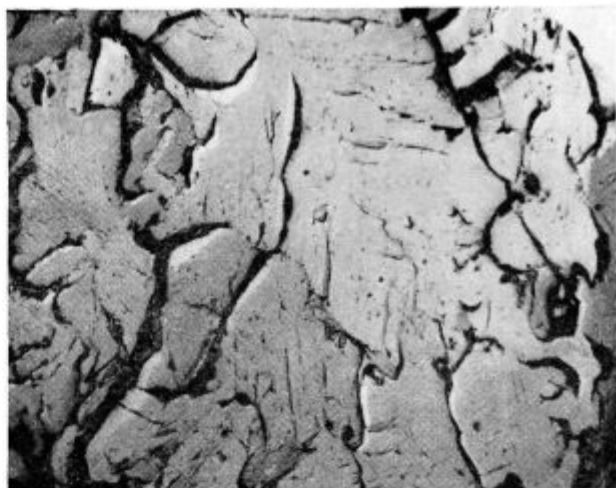
Jamice na prelomu avstenitnega jekla vrste 18/8, gašenega s temperature 1100° C in prelomljenega na temperaturi tekočega dušika, pov. 3000 ×, enostopenjska replika



Slika 6

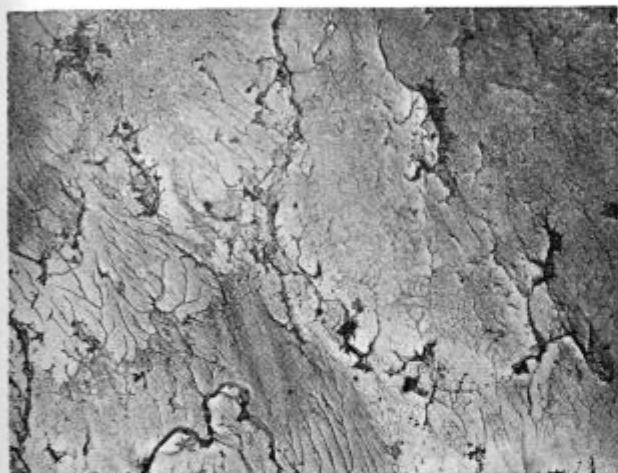
Mešani prelom na jeklu za cementacijo Ck 15, prelomljenem pri temperaturi tekočega dušika, pov. 3000 ×, enostopenjska replika

ka 7). V večini primerov je gostota stopnic na isti razcepni ravnini in v istem kristalnem zrnju enaka. Število pa se lahko bistveno spremeni, ko prečka prelom kristalno mejo, ali pa, ko se ustavi in potem znova napreduje. V polikristalinem materialu je smer širjenja razpoke v posameznih kristalnih zrnih lahko zelo različna, lahko tudi nasprotna smeri širjenja glavne razpoke. Prelom lahko poteka diskontinuirno, npr. ob prekoračenju kristalne meje se nadaljuje iz ene same ali iz več točk, lahko po tudi nepretrgano po vsej dolžini kristalne meje. Kristalne meje v splošne preprečujejo širjenje cepilne razpoke. V literaturi so tudi podatki, da so acikularne strukturne komponente, nastale pri transformaciji avstenita, mnogo bolj odporne proti cepljenju kot perlitne komponente.



Slika 9

Videz krhke prelomne površine v jeklu Ck 15, prelomljenem z udarcem pri temperaturi tekočega dušika, pov. 3000 ×, enostopenjska replika



Slika 7

Krhki prelom jekla C 45, prelomljenega z izmenično obremenitvijo, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika

Druga značilnost krhkega preloma so tudi jezički. Izrazit primer take prelomne ploske je slika 8, ki prikazuje na temperaturi tekočega dušika prelomljeno mehko jeklo. Takšni izraziti jezički so zelo redki. Na slikah 8 in 9 so jezički prikazani skupaj s stopnicami na prelomih mehkega jekla. Jezički v istem kristalnem zrnju so usmerjeni v eno ali drugo pravokotno smer. Po tem lahko sklepamo, da imajo enoto orientacijo, pa čeprav se pokaže pri stereoskopskem opazovanju površine, da so nekateri vdolbine, drugi pa izrastki. Plateau in sodelavci⁴ so ugotovili, da je smer presečnica med ravnino razkolnosti in jezičkov. [110]. Ugotovili so tudi, da je med jezički in ravnino preloma kot 35°, kar kaže, da je ravnina jezičkov ploskev (112) — ravnina dvojčjenja mehkega železa.

3.3. Dekohezija po oslabljenih drsni ravninah

Crussard in sodelavci, ki so prvi opisali ta način preloma, ga imenujejo tudi duktilna razkoljivost. Prelom poteka z dekohezijo kovine po oslabljenih drsni ravninah. Atomski mehanizem tega preloma še ni pojasnjen, prav tako niso znani vzroki oslabitve drsni ravnin. Avtorji so ta način preloma uvedli verjetno zato, ker so pri interpretaciji mikrofraktografij potrebovali prelomne površine, ki naj bi bile vmes med popolnoma krhkim in plastičnim prelomom.

Prelomna površina ima obliko velikih, skoraj ravnih površin z redkimi komaj opaznimi drsnimi lamelami ali pa iztegnjenimi plitvimi jamicami (slika 42).

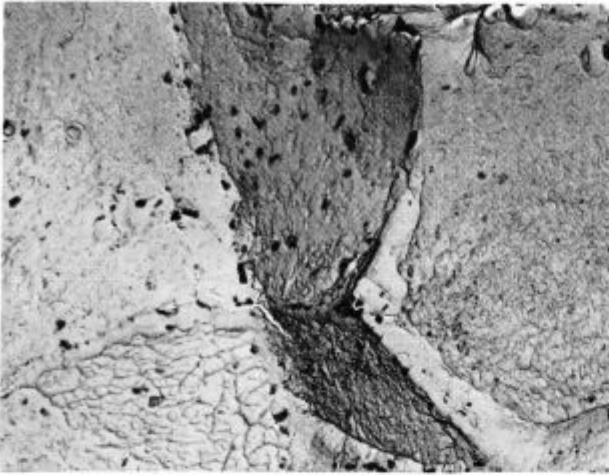
3.4. Interkristalni prelom

Tak način preloma opazimo največkrat na površinah, ki imajo pri makroskopskem opazovanju krhek značaj, mnogo redkeje pa pri onih, ki imajo žilav videz. Tak prelom nastane tedaj, ko je kohe-



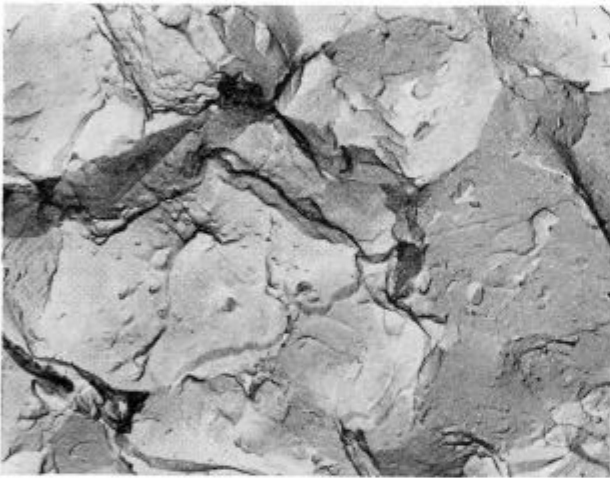
Slika 8

Krhka (cepljena) prelomna površina jekla Ck 15, prelomljenega z udarcem pri temperaturi tekočega dušika, pov. 3000 ×, enostopenjska replika



Slika 10

Interkristalin prelom v jeklu vrste 18,8, žarjenim 2 uri pri 750° C in prelomljenim pri temperaturi tekočega dušika, pov. 3000 ×, enostopenjska replika



Slika 11

Interkristalin prelom kaljene palice jekla C 45, prelomljenega z izmenično obremenitvijo, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika

zija med kristalnimi mejami slabša kot kohezija v notranjosti kristalnih zrn. To je lahko posledica enega naslednjih vzrokov:

- a — pojav krhke faze po kristalnih mejah,
- b — segregacije nečistoč ali kristalnih napak,
- c — adsorpcija na površini kristalnih zrn.

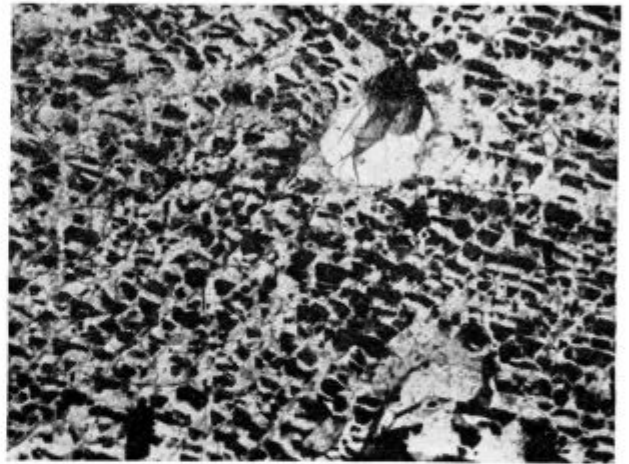
Na sliki 10 vidimo primer interkristalne prelomne površine, nastale pri nerjavnem jeklu vrste 18/8, ohlajenem na temperaturo tekočega dušika. Jeklo je bilo poprej gašeno in žarjeno dve uri pri 750° C. Ob mejah avstenitnih zrn se niso izločile večje ploščice karbidov, pač pa mnogo drobnih karbidnih zrn, ki so povzročila interkristalin prelom. Slika 11 kaže primer intergranularnega preloma, nastalega v jeklu C 45.

Interkristalini prelom kaže tudi slika 12. Na repliki je ekstrahirana velika količina karbidov, tako,

da so morfološke značilnosti preloma močno zbrisane. Značilen primer takega preloma na običajni ogljeni repliki kaže slika 13.

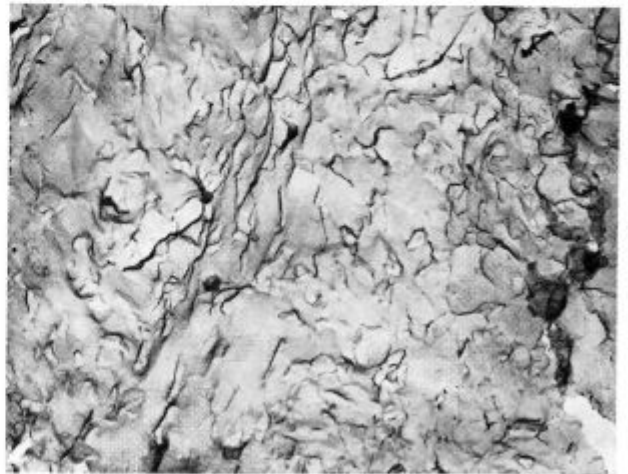
Če je na mejah mnogo tujih delcev, vendar premalo, da bi lahko povzročili dekohezijo, potem lahko sprožijo ti delci nastanek jamic in povzročijo plastičen prelom. Krhkost, ki jo povzročijo segregacije nečistoč ob mejah, je znana tudi pod izrazom popustna krhkost. Znana je v jeklih in nekaterih barvnih zlitinah. Prelomne površine so navadno zelo gladke z dobro vidnimi kristalnimi mejami in drobnimi zrnji vključkov ali karbidov. Podoben vpliv imajo tudi koncentracije praznin v kristalni mreži, vendar je o tem še zelo malo podatkov.

Krhkost povzročajo tudi aktivni elementi, ki se adsorbirajo na mejah kristalnih zrn osnovne kovine in zmanjšujejo površinsko energijo ter kohezijo med njimi (slika 14).



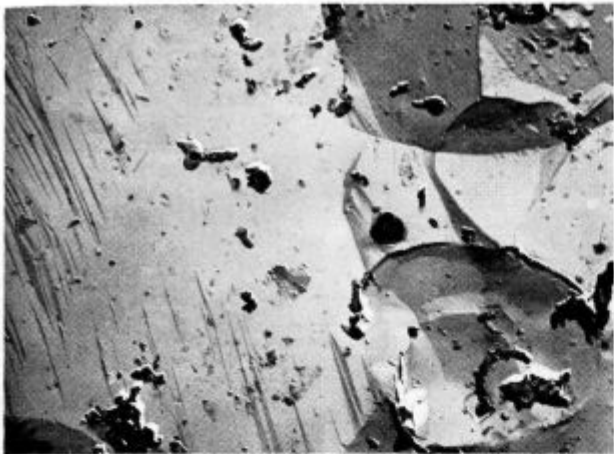
Slika 12

Prelomna površina žilavostne epruvete jekla vrste 18,8, žarjenega 50 minut pri 700° C (20° C). Vidne so karbidne ploščice na interkristalni prelomni ploskvi, pov. 4000 ×, enostopenjska replika



Slika 13

Interkristalin prelom v jeklu z 9 % Ni, pov. 4800 ×, dvostopenjska replika

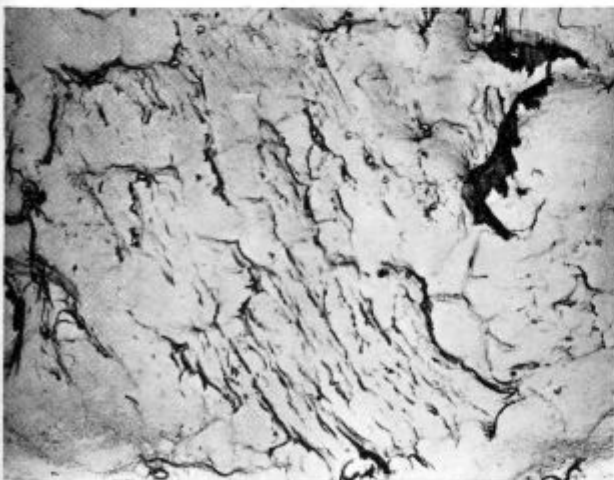


Slika 14

Mikrofraktografija prelomne površine z značilnimi adsorpcijskimi črtami, pov. 3000 ×, enostopenjska replika

3.5. Utrujenostni prelom

Pri prelomih, ki nastanejo zaradi velikega števila obremenitev, napreduje dekohezija vzdolž ob oslabljenih drsnih ravninah. Širjenje razpoke se razlikuje od širjenja v primeru natezne obremenitve. Ze dolgo znana značilnost takega preloma je z bolj ali manj enakomernimi črticami (letnicami) prekrita površina. Znani so primeri take prelomne površine pri mehkih, nerjavnih jeklih in pri duraluminiju. V priloženi slikovni dokumentaciji vidimo številne primere prelomnih površin, ki so nastale po dinamični obremenitvi. Značilno je, da na njih ne nastopajo samo klasični elementi utrujenostnega preloma, temveč tudi oblike, ki so značilne za že poprej opisane prelomne površine. Gell in Laverant (8) navajata, da se zlasti na začetni stopnji utrujenostnega preloma pojavljajo oblike, ki so značilne za natezni preizkus (npr. reke, jezički ...).



Slika 15

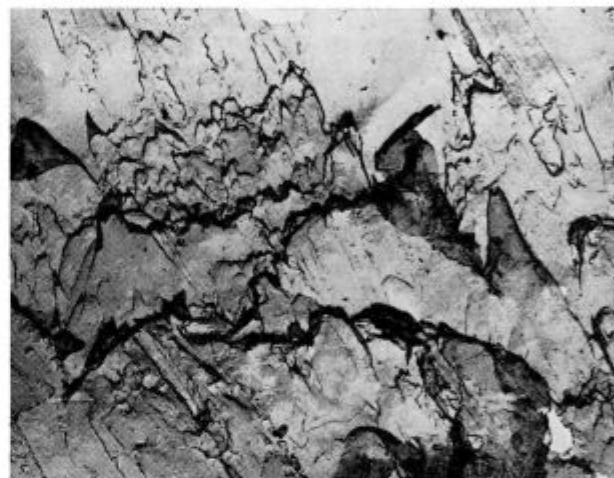
Površina preloma normaliziranega jekla C 45, obremenjenega z izmenično obremenitvijo, pov. 6400 ×, dvostopenjska replika

Zbrani slikovni material, ki se nanaša na jeklo C 45, smo opisali na osnovi različne kombinacije obremenitev.

3.5.1. Upogib

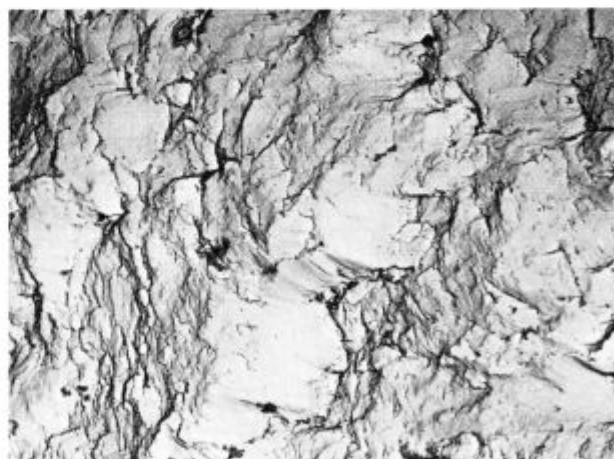
Na prelomu normalizirane palice so jasno vidni »klasični« morfološki elementi, ki so značilni za utrujenostni prelom. Prelomna površina kaže na mnogih mestih značilne oblike »letnic«, katerih potek je povsem podoben onemu, ki ga vidimo že pri nekajkratnih povečavah (sl. 15). Na posameznih mestih se pojavljajo tudi značilnosti oblike prelomne površine, značilne za krhki ali pa interkristalni prelom.

Na mikrofraktografiji (sl. 16), ki je nastala na prelomu kaljene palice, so vidne po vsej površini »letnice«, katerih medsebojni razmik se pa spreminja. Te letnice predstavljajo nekakšno »pod-



Slika 16

Prelom kaljene palice jekla C 45, prelomljena z izmenično obremenitvijo, pov. 4800 ×, dvostopenjska replika



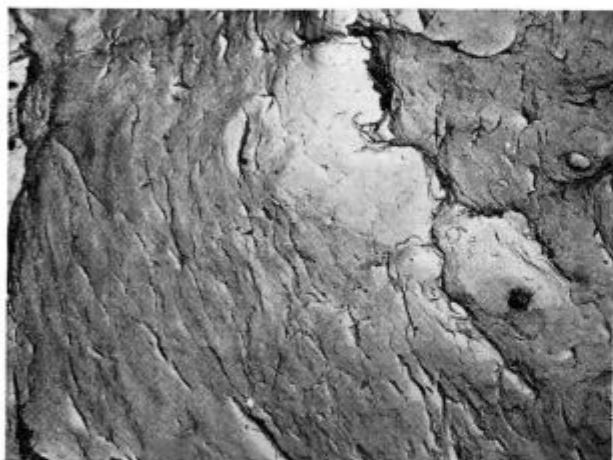
Slika 17

enako kot slika 23

strukturo« zelo razgibanega reliefa, čigar oblika je tudi posebna in je ne moremo vzporejati z oblikami nastalimi pri statičnem prelomu.

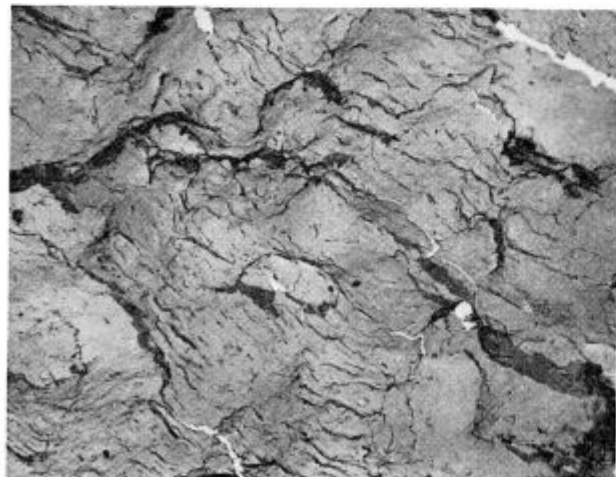
Slika 17 prikazuje morfologijo prelomne površine poskusne palice, ki je bila poprej poboljšana. Slika vsebuje elemente, katere lahko prisodimo le prelomu zaradi tega specifičnega načina obremenitve. Zglajene prelomne površine so verjetno posledica medsebojnega trenja prelomnih površin med ciklično obremenitvijo.

Slika 18, ki predstavlja prelomno površino izotermno kaljene palice, kaže tipične znake utrujenostnega preloma. Površina, kakršno kaže slika 18, je nastala verjetno po medsebojnem trenju oz. drsanju obeh površin razpoke med ciklično obremenitvijo. Desna stran kaže morda znake duktilnega preloma, ki pa so se zaradi trenja zabrisali. Prav takšni značilni znaki utrujenostnega preloma so tudi na sliki 19, ki pa ni bila bistveno spremenjena zaradi poznejšega medsebojnega trenja.



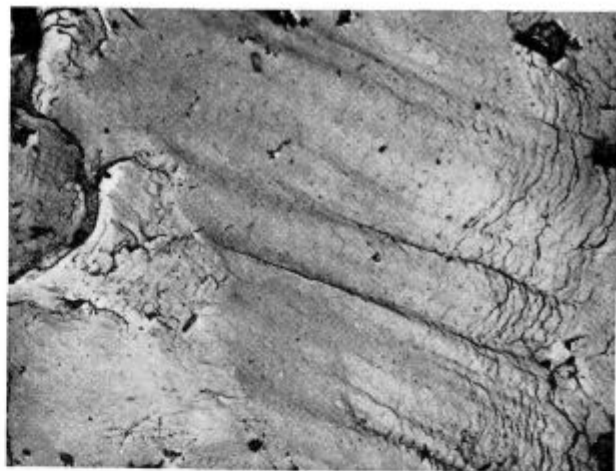
Slika 18

Prelom izotermno kaljene palice jekla C 45, izmenična obremenitev pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



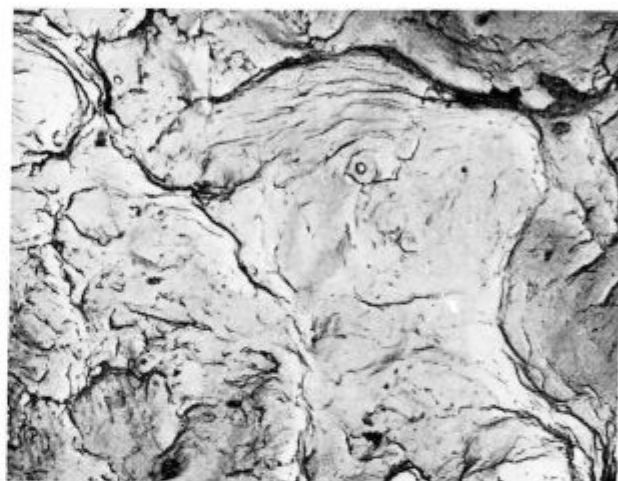
Slika 19

enako kot slika 25



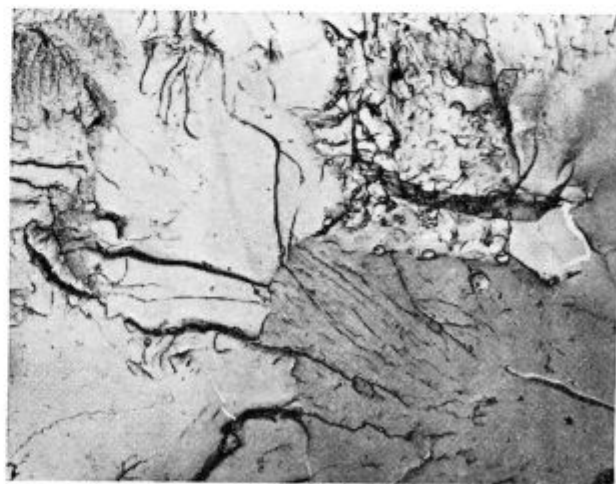
Slika 20

Prelomna površina normalizirane palice jekla C 45, izmenična obremenitev, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 21

enako kot slika 20, pov. 4800 ×



Slika 22

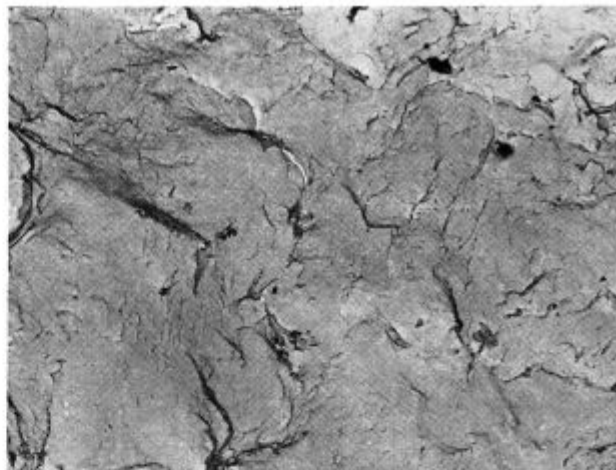
Površina preloma poboljšane palice jekla C 45 obremenjenega z izmenično obremenitvijo. Pov. 6400 ×, dvostopenjska replika

3.1.2. Kombinacija upogiba in torzije (7:3)

Mikrofraktografija 20 (normalizirana palica) kaže povsem značilne znake rasti razpoke in del zelo gladke površine, katerega nastanek si težko razlagamo kot posledico trenja ploskev.

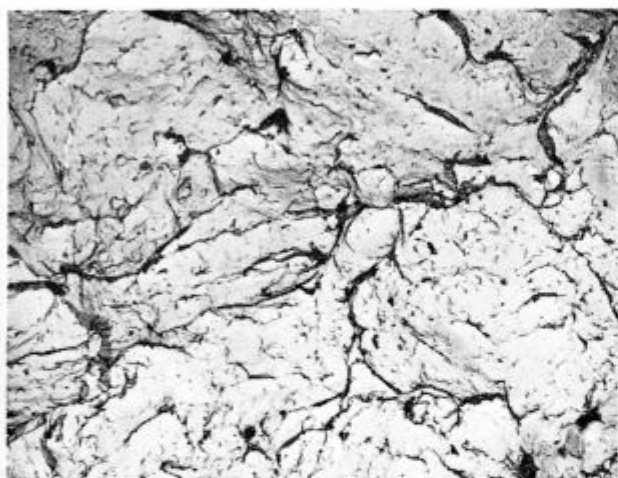
Oblika na sliki 21 ima elemente interkristalinea preloma, prek katerih vidimo značilne oblike utrujenostnega preloma.

Slika 22, ki prikazuje prelom poboljšane vzorca, ima vse značilnosti krhkega preloma. Povsem drugačna je oblika površine na sliki 23, katero smemo postaviti kot povsem specifično za tak način preloma. Slika 24 kaže primer makroskopskega videza prelomne površine. V sredini je trenutni del preloma. Tudi na tem prelomu smo le mestoma opazili tipične znake utrujenostnega preloma (slika 25).



Slika 25

Prelomna površina izotermno kaljene palice jekla C 45, izmenična obremenitev, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



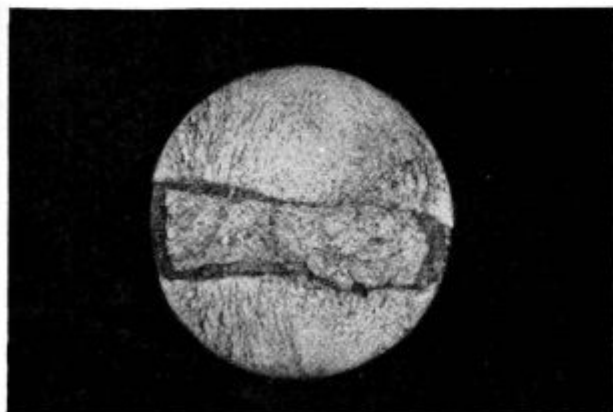
Slika 23

Prelomna površina poboljšane palice jekla C 45, izmenična obremenitev, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 26

Prelomna površina normalizirane palice jekla C 45, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 24

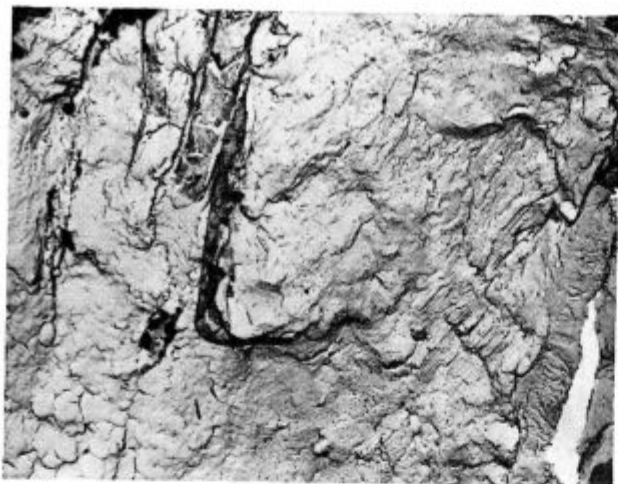
Makroskopski videz prelomne površine izotermno kaljene epruvete jekla C 45, zgoraj in spodaj sta dela preloma nastala zaradi utrujanja, v sredini pa je trenutni del preloma, pov. 5,5 ×

Kombinacija upogiba in torzije (3:7)

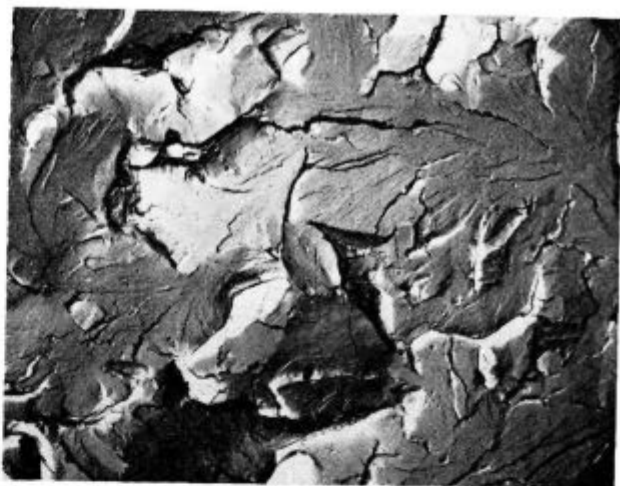
Na vseh prelomnih površinah normalizirane palice smo opazili za utrujenostni prelom značilne znake. V splošnem spominja relief prelomne površine na interkristalini prelom (sl. 26). Znake medsebojnega trenja površin zasledimo na sliki 27. Na vseh mikrofraktografijah opazimo zelo droben in fin relief.

Prelom kaljene palice je bil kljub dolgotrajni izmenični obremenitvi docela interkristaliničen (slika 28).

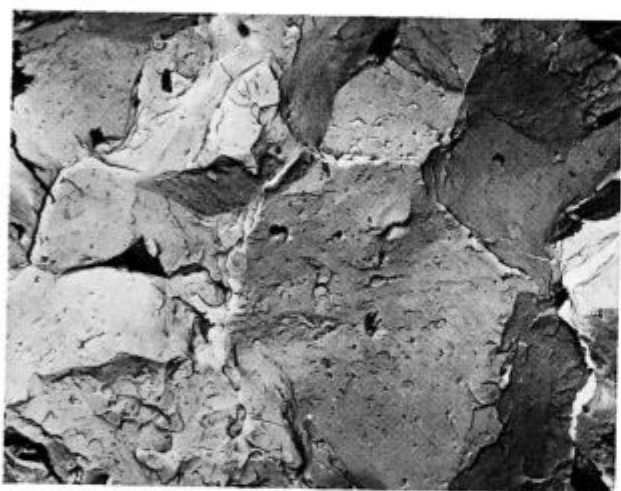
Prelom poboljšane palice na sliki 29 ima popolnoma samosvojo obliko. Na reliefu je polno drobnih elementov, na katerih so vidni znaki utrujenostnega preloma. Pri izotermno kaljenem vzorcu



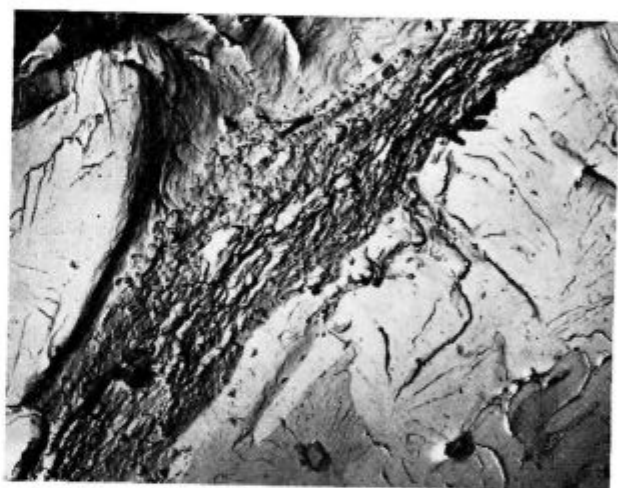
Slika 27
enako kot slika 26



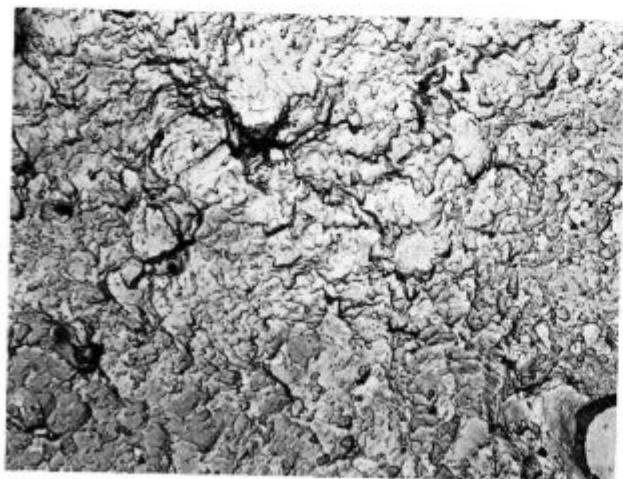
Slika 30
Prelomna površina izotermno kaljene palice jekla C 45, značilne oblike krhkega preloma, izmenična obremenitev, pov. 4800 ×, dvostopenjska replika



Slika 28
Interkristalni prelom kaljene palice jekla C 45, prelomljenega z izmenično obremenitvijo. Pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 31
Prelomna površina izotermno kaljene palice jekla C 45, značilni elementi krhkega in utrujenostnega preloma, izmenična obremenitev, pov. 4800 ×, dvostopenjska replika



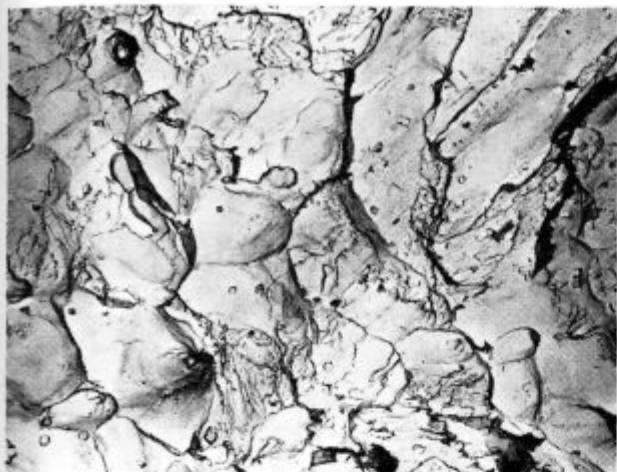
Slika 29
Prelomna površina poboljšane palice jekla C 45, izmenična obremenitev, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika

je bila večina prelomne površine krhka (slika 30), le na sliki 31 zgoraj vidimo tipične detajle utrujenostnega preloma.

Torzija

Površino preloma normalizirane palice kažeta sliki 32 in 33, vsebujeta elemente krhkega in žilavega preloma, brez specifičnih oblik utrujenostnega preloma.

Značilne oblike preloma poboljšane palice so zajete na slikah 34 in 35. Pokažejo se značilne oblike interkristalnega in žilavega preloma, pa tudi povsem specifični detajli.



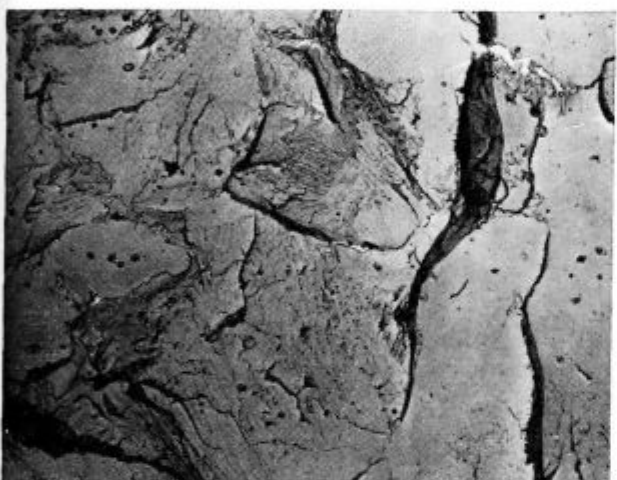
Slika 32

Prelomna površina normalizirane palice jekla C 45 z elementi krhkega in žilavega preloma, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 35

enako kot slika 34



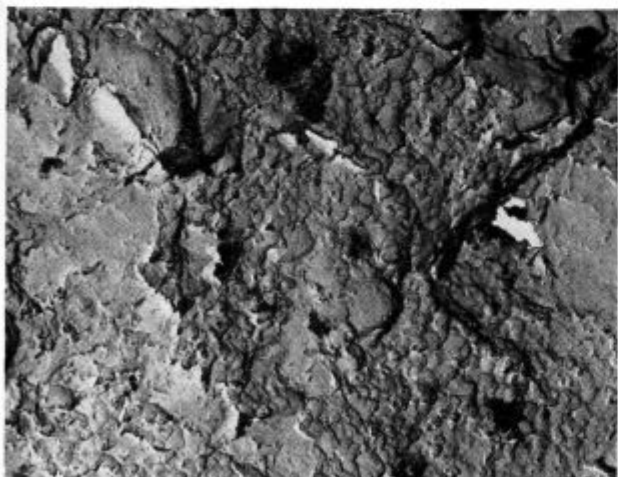
Slika 33

Krhki prelom jekla C 45, prelomljenega z izmenično obremenitvijo, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 36

Prelomna površina izotermno kaljene palice jekla C 45, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 34

Prelomna površina poboljšane palice jekla C 45, pov. 3200 ×, dvostopenjska replika



Slika 37

enako kot slika 36

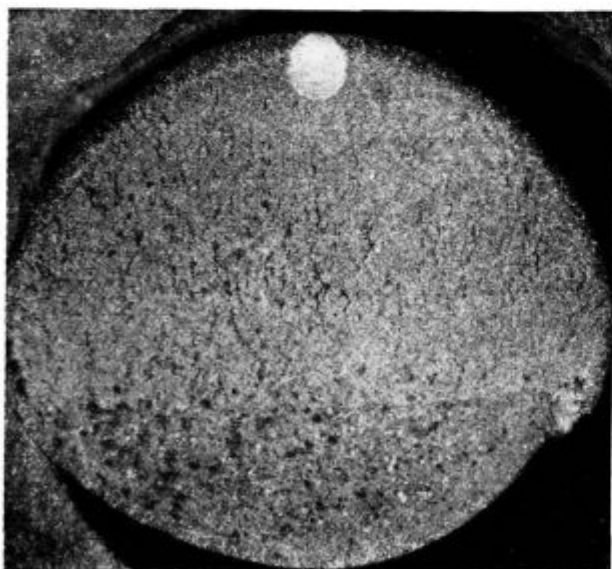
Tudi na prelomu izotermno kaljene palice smo našli značilne elemente interkristalnega in žilavega preloma (sl. 36). Pogostne so pa tudi izrazito specifične oblike utrujenostnega preloma (slika 37).

Slika 38 prikazuje makroskopski videz prelomne površine poskusne palice cementiranega jekla. Prelomna površina razpade na ločena polja treh značilnih oblik. Zgoraj v sredini belega polja je nekovinski vključek, pri katerem je začela razpoka. Zgornje in spodnje polkrožno polje sta utrujenostni del preloma, srednji pas pa se je hipoma prelomil. Replike, katere smo napravili na teh treh značilnih področjih preloma povedo, da sta si mikrorelief ob žarišču preloma (pri nekovinskem vključku) in v trenutnem delu preloma zelo podobna in da sta nastala torej po podobnem mehanizmu.

Slika 39 kaže mikrorelief prelomne površine v žarišču preloma ob nekovinskem vključku. Podobno kot na sliki 42 spodaj lahko tudi v tem primeru prisodimo to obliko prelomne površine duktilni razkoljivosti.

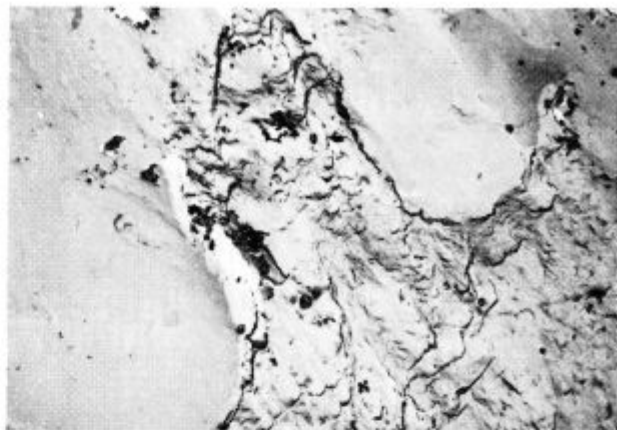
Polkrožni polji imata značilne znake utrujenostnega preloma, katerega mikroreliefne značilnosti se periodično ponavljajo in so verjetno zapis postopnega napredovanja razpoke med izmenično obremenitvijo (slika 40). Te doline in izbokline z zaobljenimi robovi na posameznih mestih sekajo pod različnimi koti vrste ali skupine drobnih točk, ki so po vsej verjetnosti odtisi karbidov ali pa kake druge heterogene faze.

Slika 41, ki predstavlja del trenutno prelomljene površine, ima značilne oblike duktilne razkoljivosti. Ta oblika prelomne površine je zelo redka v primerjavi z drugimi vrstami preloma.



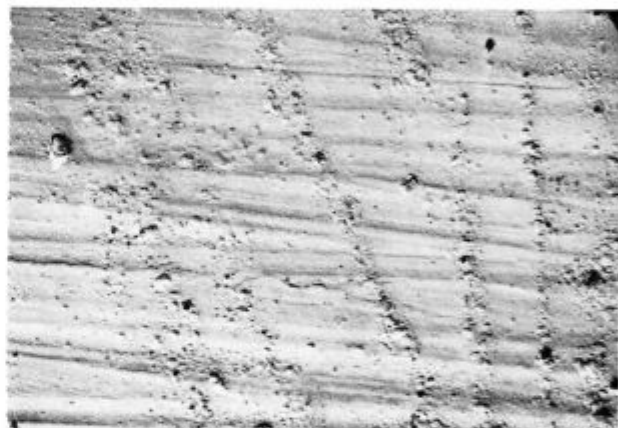
Slika 38

Makroskopski videz prelomne površine cementacijskega jekla; izmenična obremenitev. Belo krožno polje z nekovinskim vključkom je žarišče preloma. Povečava $9\times$



Slika 39

Mikrofraktografija površine žarišča preloma cementacijskega jekla, prelomljenega zaradi izmenične obremenitve; primer duktilne razkoljivosti; povečava $3000\times$, enostopenjska replika



Slika 40

Mikrofraktografija dela utrujenostnega preloma cementacijskega jekla, prelomljenega zaradi izmenične obremenitve, pov. $3000\times$, enostopenjska replika



Slika 41

Mikrofraktografija trenutno prelomljenega dela poskusne palice iz cementacijskega jekla; izmenična obremenitev, primer duktilne razkoljivosti, pov. $3000\times$, enostopenjska replika

POVZETEK

Mikrofraktografska tehnika omogoča ne samo opredelitev morfologije prelomnih površin in s tem tudi načina in vzroka preloma kovine, ampak tudi opazovanje heterogenih faz na prelomnih površinah, njihovo identifikacijo ter oceno vpliva na začetek in potek preloma. Osnovna mikrofraktografska tehnika je opazovanje replik (odtisov) prelomnih površin v elektronskem mikroskopu, katerega odlike pridejo tu do izraza. Tehnika priprave replik je zelo raznovrstna in prilagojena specifičnim zahtevam. Večino replik izdelajo danes iz oglja, ki ga na razne načine ločijo od površine preloma.

Na podlagi videza pri opazovanju v elektronskem mikroskopu in na osnovi mehanizmov porušitve se razvrste prelomi v eno naslednjih osnovnih oblik:

- plastičen prelom
- dekohezija po cepilnih (razkoljivih) kristalnih ravninah,
- prelom po kristalnih mejah,
- dekohezija po oslABLjenih drsnih ravninah (duktilna razkoljivost),
- prelom zaradi ponavljajoče se obremenitve (utrujenostni prelom).

Poskuse smo napravili s tremi jekli: z nelegiranim jeklom za cementacijo Ck 15, z ogljikovim jeklom C 45 in z nerjavnim jeklom vrste 18/8. Toplotna obdelava posameznih preizkusnih palic je bila različna. Epruvete prvega in zadnjega jekla smo prelomili pri temperaturi tekočega dušika, jeklo C 45 pa smo prelomili na stroju za utrujanje. Uporabili smo različne vrste obremenitve.

Na prelomnih površinah preiskovanih jekel smo opazili plastični prelom, prelom po kristalnih mejah, krhki prelom s cepljenjem, duktilno krhkost in utrujenostni prelom.

Opazili smo tudi oblike prelomnih površin, katerih morfološke značilnosti nismo mogli točno interpretirati.

Osvajali smo tehniko priprave enostopenjskih in dvostopenjskih ogljenih replik ter opisali in ilustrirali različne vrste prelomnih površin na podlagi podatkov iz strokovne literature in naših eksperimentalnih opazovanj.

Zahvaljujemo se vsem slovenskim železarnam in Skladu Borisa Kidriča, ki so nama omogočili obdelovati vprašanja elektronske mikroskopije in mikrofraktografije kovin. Zahvalo smo dolžni tudi sodelavcem oddelka za fiziko trdne snovi na Inštitutu Jože Stefan za pomoč pri eksperimentalnem delu.

Literatura

1. G. Henry, J. Plateau: La Microfractographie, IRSID
2. Fracture of Solids, Proceedings of an international Conference, Washington, avgust, 1962
3. Application of Fracture Toughness Parameters to structural metals. Symp. Comité of the Institute of Metals Division of AIME, New York, 1966
4. J. Plateau, G. Henry, C. Crussard: Quelques nouvelles applications de la microfractographie, Revue de Metallurgie 54, marec 1957, str. 200 ... 216
5. Tehnika elektronske mikroskopije, Moskva, 1965
6. G. Thomas: Elektronna mikroskopija metalov, Moskva, 1963
7. F. Vodopivec, V. Marinković, L. Kosec: Uvajanje metode fraktografije pri raziskavah metalurških problemov v zvezi z mehansko-tehnološkimi lastnostmi jekel, Poročila MI v Ljubljani, 1964
8. M. Gell, G. R. Leverant: The Characteristics of Stage I fatigue fracture in a high strength nickel alloy, Acta metallurgica, vol. 16, N. 4, april 1968, str. 553 ... 561.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Technik der Mikrofractographie ermöglicht nicht nur die morphologische Bestimmung der Bruchflächen, und damit auch die Art und Ursache des Bruches, sondern auch die Beobachtung der heterogenen Phasen an den Bruchflächen, dessen Identifizierung und die Bewertung des Einflusses auf den Anfang und den Verlauf des Bruches. Die Grundlage der Mikrofractographischen Technik ist die Beobachtung der Replika der Bruchflächen im Elektronenmikroskop dessen Vorzüge hier zum Ausdruck kommen. Die Vorbereitung der Replika ist sehr verschieden und ist den spezifischen Ansprüchen angepasst. Die Repliken sind heutzutage hauptsächlich aus Kohle ausgefertigt und werden verschiedenartig von der Bruchoberfläche abgezogen.

Auf Grund des Bruchaussehens bei der Beobachtung im Elektronenmikroskop und auf Grund des Zerstörungsmechanismus werden die Brüche in eine der folgenden Grundformen eingeteilt:

- Plastischer Bruch
- Dekohezion auf den Spaltbaren Kristallflächen
- Bruch an den Kristallgrenzen
- Dekohezion auf den geschwächten Gelitflächen

Bruch wegen der wiederholenden Beanspruchung (Ermüdungsbruch).

Die Versuche wurden an drei Stahlqualitäten ausgeführt: einem unlegierten Einsatzstahl Ck 15, einem kohlenstoffstahl C 45 und einem nichtrostendem Stahl der Type 18/8. Die Wärmebehandlung der einzelnen Versuchsstäbe war verschieden. Die Proben des erst und letztgenannten Stahles wurden bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffes gebrochen, den Stahl C 45 brachen wir auf einer Ermüdungsmaschine. Dabei wurden verschiedenartige Beanspruchungen angewendet.

Auf den Bruchflächen der Untersuchten Stähle haben wir den plastischen Bruch, Bruch über die Kristallgrenzen, einen spröden Bruch mit der Spaltung, eine duktile Spaltbarkeit und einen Ermüdungsbruch beobachtet.

Wir haben auch einige Formen der Bruchflächen beobachtet, dessen morfolologische Eigenheiten wir nicht genau deuten können.

Wir haben die Technik der Vorbereitung der einstufigen und zweistufigen Kohlenstoff Replika erobert und auf Grund der Daten aus der Fachliteratur und unseren eigenen Beobachtungen verschiedene Sorten der Bruchflächen illustriert und beschrieben.

SUMMARY

Microfractographic technics do not enable us to determine only morphology of fracture surfaces, and at the same time also way and cause of the metal fracture, but also heterogeneous phases on fracture surfaces can be observed, and identified, and their influence on the beginning and the progress of fracture can be estimated. The base of the microfractographic technics is observation of fracture surface replicas under the electron microscope, whose advantages are thus expressed. Technics for replica preparation are various and adapted for specific demands. Majority of replicas today is made of carbon which can be in different ways separated from the fracture surface.

Basing on appearance at observation under the electron microscope, and on the basis of breaking mechanism, fractures can be classified in one of the following basic forms:

- plastic fracture,
- decohesion along splitting crystal planes,
- intercrystalline fracture,
- decohesion along weakened sliding planes (ductile cleavage)

— fracture due to repeated load (fatigue fracture).

Experiments were made with three different steels: non-alloyed steel for carburising Ck 15, carbon-steel C 45, and stainless steel of the type 18/8. Heat treatment of individual test-rods was different. Test specimens of the first and of the last steel were broken at the temperature of liquid nitrogen, steel C 45 was broken on the fatigue machine. Different types of loads were used.

On fracture surfaces of the investigated steels plastic fracture, intercrystalline fracture, fragile cleavage fracture (ductile cleavage), and fatigue fracture were observed.

Also shapes of fracture surfaces, whose morphologic characteristic could not be exactly interpreted, were observed.

The preparation technics for one-staged and two-staged carbon replicas were learned, and on basis of the technical literature data and basing on our experimental observations, different types of fracture surfaces were described and illustrated.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Микрофрактографическая техника разрешает не только определение морфологии плоскости излома и с этим также способ и причину излома металла, но тоже и наблюдение гетерогенных фаз на поверхности излома, их идентификацию и оценку влияния начала и процесса (течения) перелома. Основание микрофрактографической техники состоит в наблюдении отпечатков поверхности перелома с электронным микроскопом при чём эти характеристики приходят до выражения.

Техника приготовления отпечатков весьма разнообразна, приспособлена определённым требованиям. Большинство отпечатков выделаны из угля; их различным способом можно отделить от поверхности перелома.

На основании вида перелома при помощи электронного микроскопа и на основании механизма разрушения переломы можно распределить в одну из следующих основных форм:

- пластический перелом,
- декогезия по равнинах расщепления кристаллов
- перелом на пределах кристаллов
- декогезия на ослаблённых поверхностях скольжения (пластичное расщепление)

— перелом который наступил вследствие знакопеременной нагрузки (перелом усталости).

Исследования были выполнены с тремя сортами стали: нелегированная сталь для цементации Ck 15, углеродистая сталь C 45 и нержавеющей сталь марки 18/8. Термообработка отдельных проб была весьма разнообразна. Опытные образцы Ck 15 и 18/8 были переломлены при темп-ы жидкого азота а сталь C 45 на машине для определения усталости; употреблены разные виды загрузки.

На поверхностях перелома исследованных сталях обнаружен пластический перелом, перелом на пределах кристаллов, хрупкий перелом с расщеплением (пластичное расщепление) и перелом усталости.

Наблюдение обхватило также и формы поверхностей излома но их морфологические характеристики, не были точно разъяснены.

Удалось также освоить технику приготовления одно и двухступенчатых отпечатков а также, на основании данных из специальной литературы и описанных исследований, описать и иллюстрировать виды поверхностей перелома.