

LABORATORIA
APARATURA
BADANIA

ISSN-1427-5619

AEB

6/2017

DWUMIESIĘCZNIK

Mikroskopia świetlna i konfokalna
Analiza termiczna

Preparatyka do celów mikroskopii świetlnej i skaningowej

Anna Kloc-Ptaszna, Wojciech Pakieła, Przemysław Snopiński*

Metalografia, zajmująca się opisem struktury metali i stopów, składa się z badań makroskopowych, mikroskopowych i submikroskopowych. Badania metalograficzne i wnioski z nich płynące są bardzo często wykorzystywane w praktyce przemysłowej, np. do weryfikacji dostawcy lub wyboru odpowiedniej technologii. Wykonanie poprawnego pomiaru pod względem jakościowym lub/i ilościowym w dużej mierze zależy od odpowiednio wykonanej preparatyki materiałów przeznaczonych do badań. Preparatyka materiałów obejmuje wiele etapów związanych z odpowiednim przygotowaniem próbki. Niepoprawne przygotowanie próbek przekłada się na źle wykonaną ekspertyzę, co może spowodować duże straty finansowe. W związku z tym, aby uniknąć błędnych wyników badań, ważna jest znajomość poszczególnych czynności związanych z preparatyką materiałów.

Badania makroskopowe, stosowane powszechnie do kontroli jakości wyrobów gotowych lub półfabrykatów, prowadzi się przy niewielkim powiększeniu (do ok. 30 razy) i służą one głównie do oceny jakości materiałów, tj. wykrycia wszelkich nieciągłości materiałów, niejednorodności

chemicznych czy też strukturalnych. Obserwacji makroskopowym można poddać naturalne powierzchnie wyrobów oraz powierzchnie wyszlifowane i trawione lub odpowiednio przygotowane przełomy (najczęściej krążki lub prostopadłości z karbem łamane za pomocą pras).

W przypadku badań mikroskopowych używa się różnych mikroskopów metalograficznych, a obserwacje topografii powierzchni próbki wykonuje się przy powiększeniu nie przekraczającym ok. 2500 razy. Ze względu na małą głębie ostrości mikroskopów świetlnych próbka do obserwacji metalograficznych powinna być odpowiednio przygotowana w postaci zglądu metalograficznego.

Badania submikroskopowe prowadzi się natomiast za pomocą mikroskopów elektronowych, umożliwiających uzyskanie bardzo dużych powiększeń. W mikroskopach tych wykorzystuje się wiązkę elektronów rozpędzonych w polu elektrycznym 50-1000 kV, co umożliwia uzyskanie rozdzielczości ok. 0,2 nm. W mikroskopii elektronowej istotne jest to, aby obserwowana próbka była dobrym przewodnikiem prądu elektrycznego.

Poniżej zostaną przedstawione przykłady przygotowania

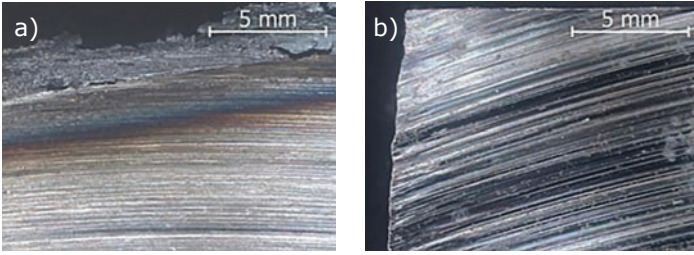
próbek do badań mikroskopowych oraz submikroskopowych przy użyciu mikroskopii skaningowej.

Badania mikroskopowe wykonuje się na specjalnie przygotowanych do tego celu zglądach metalograficznych. Przygotowanie zglądu zwykle obejmuje takie etapy jak:

- pobranie (wycięcie) próbki,
- inkludowanie,
- szlifowanie,
- polerowanie powierzchni próbki,
- trawienie próbki (jeżeli istnieje taka potrzeba).

Pobranie próbki do obserwacji wykonuje się najczęściej poprzez jej wycięcie. Podczas pobierania próbki istotna jest znajomość twardości i ciągliwości ciętego materiału w celu poprawnego dobrania ściernicy. Podczas doboru ściernicy (tarczy) należy również pamiętać o możliwości umacniania się ciętego materiału. Ściernica o prawidłowo dobranej twardości pozwala uzyskać optymalną jakość cięcia oraz, istotną ze względów ekonomicznych, trwałość ściernicy. Miejsce pobrania próbki (cięcia) zwykle nie jest dowolne i przypadkowe, a jest zależne od zjawisk, które poddawane są obserwacji (wtrącenia, pęknięcia, wydzielenia, przebarwienia). W przypadku diagnostyki uszkodzenia

w postaci pęknięcia próbkę należy pobrać w taki sposób, aby możliwa była dokładna jego obserwacja. Płaszczyzna cięcia musi być tak dobrana, aby umożliwić maksymalną analizę obszaru uszkodzenia i pozwolić na wyciągnięcie adekwatnych wniosków (np. mechanizmów i okoliczności jego powstania). Przy preparatyce materiałów obrabianych plastycznie lub odlewanych istotna jest orientacja powierzchni zglądu względem kierunku obróbki plastycznej lub względem kierunku odpływu ciepła. Zwykle przy tego typu próbkach wykonuje się dwa zglądy – pierwszy w kierunku obróbki plastycznej, a drugi – prostopadle do niego. Przy badaniu materiałów warstwowych np. materiałów gradientowych lub odwęglonych, powierzchnia zglądu powinna być prostopadła do badanych warstw. Podczas cięcia zwykle stosuje się intensywne chłodzenie tarczy oraz samej próbki, a ilość płynu musi być tak dobrana, aby nie doprowadzić do przegrzania powierzchni ciętego elementu. Ponadto na jakość ciętej powierzchni bardzo duży wpływ ma szybkość cięcia oraz prędkość kątowna ściernicy. Najczęstszym błędem popełnianym podczas cięcia jest zbyt duża szybkość



Rys. 1. Powierzchnia po cięciu mechanicznym ściernicą opartą na Al_2O_3 : a) zbyt duża prędkość cięcia oraz niedostateczne chłodzenie – widoczne przebarwienia na powierzchni; b) optymalne parametry procesu cięcia

cięcia; problem ten zwykle występuje w przecinarkach bez automatycznego posuwu stolika. W wyniku próby zbyt szybkiego przecięcia próbki dochodzi do licznych przebarwień, świadczących o zmianach struktury w miejscu styku ściernicy i próbki, powstawania szerokiej strefy wpływu ciepła, zatarcia dowodów świadczących np. o złej obróbce cieplnej oraz przyspieszonego zużycia się tarczy tnącej (rys. 1). W przypadku tarczy stalowych z nasypem diamentowym lub CBN może również dojść do uszkodzenia w postaci wykruszenia nasypu i konieczności wymiany tarczy na nową. Problem zbyt dużej prędkości cięcia można wyeliminować stosując przecinarki z automatycznym posuwem. Częstym błędem jest zły dobór ściernicy do materiału – np. zastosowanie ściernicy z nasypem diamentowym do cięcia elementów stalowych.

Kolejnym etapem przygotowania zglądów jest **inkludowanie**. Stosuje się je w celu poprawienia jakości preparatyki oraz zapewnienia lepszego i bezpieczniejszego mocowania próbki (gdy wymagana jest jednakowa wielkość i kształt oprawy próbki). Wyróżnia się

dwa rodzaje inkludowania: „na gorąco” i „na zimno”. Inkludowanie „na gorąco” wykonuje się przy użyciu prasy wyposażonej w specjalny cylinder, w którym umieszcza się próbkę i następnie zasypuje ją żywicą w formie proszku. Żyvice różnią się między sobą własnościami. Przykładowo do materiałów twardych, gdy istotny jest brak zaokrąglenia krawędzi próbki, stosuje się najczęściej żywice epoksydowe z mineralnymi i szklanymi wypełniaczami, charakteryzujące się bardzo małym skurczem. Do polerowania elektrolitycznego zaleca się stosowanie żywic przewodzących elektryczność, np. akrylowych z żelaznym wypełniaczem. Natomiast do badań na skaningowym mikroskopie elektronowych (SEM) można stosować bakelit z wypełniaczem węglowym.

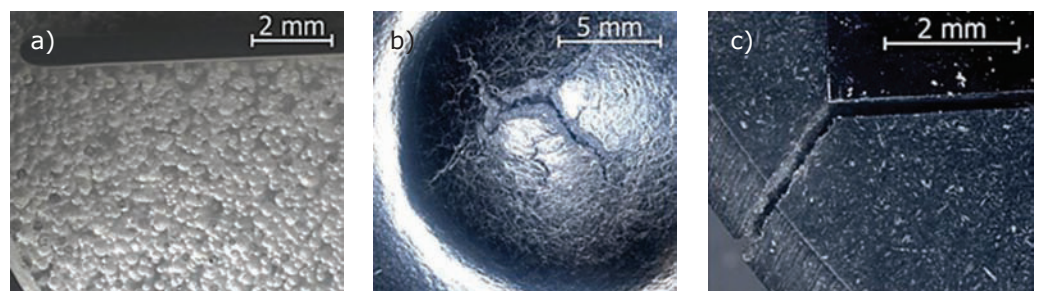
Inkludowanie „na zimno” pozwala na mocowanie próbek bez narażania ich na działanie wysokiej temperatury i ciśnienia. W tym celu najczęściej stosuje się żywice akrylowe i epoksydowe, różniące się np. czasem wiązania.

Najczęściej występującymi problemami podczas inkludowania na zimno (rys. 2) są: porowatość (wynikająca z niedostatecznego odgazowania żywicy) i niedostateczne zalanie próbki związane z powstawaniem pustek na dolnej powierzchni zglądu. Zarówno porowatość, jak i pustki w dużym stopniu przeszkadzają w otrzymaniu dobrego zglądu. Wolne przestrzenie są miejscem odkładania ścierniwa i powodem powstawania rys na powierzchni próbki. Ponadto na jakość zglądu bardzo duży wpływ ma również zachowanie właściwych proporcji utwardzacza do żywicy (zgodnie z zaleceniami producenta).

Nowoczesne urządzenia do inkludowania na gorąco pozwalają na uniknięcie wielu błędów. Podczas inkludowania na gorąco najczęstszym błędem jest zbyt krótki czas procesu, zbyt niska temperatura, niedostateczny czas chłodzenia (rys. 2b). Należy

również pamiętać o zachowaniu minimalnej odległości ostrej krawędzi próbki od bocznej ściany zglądu. Najczęściej minimalna odległość pomiędzy próbką a zewnętrzną ścianą zglądu nie może być mniejsza niż 3 mm. Przekroczenie tej wartości powoduje powstawanie pęknięć (rys. 2c), w których będą gromadzić się zanieczyszczenia utrudniające wypolerowanie próbek.

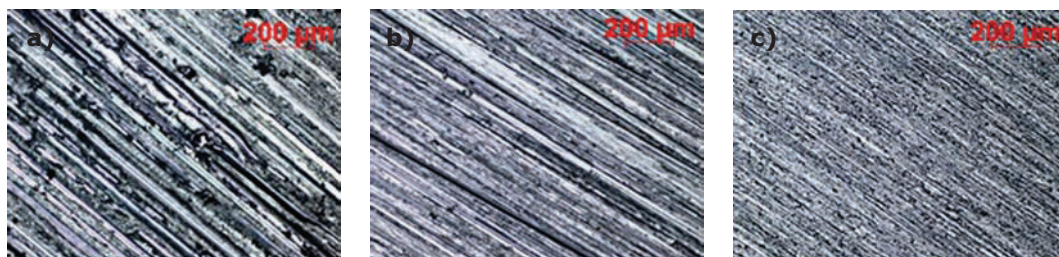
Pierwszą operacją usuwania i wygładzania materiału próbki jest **szlifowanie**. Poprawnie wykonane szlifowanie zapewnia usunięcie warstwy uszkodzonego materiału przy jednoczesnym wprowadzeniu możliwie najmniejszych nowych odkształceń w materiale. Szlifowanie wstępne można wykonywać przy użyciu kamieni szlifierskich, diamentowych ściernic garncoowych lub dysków szlifierskich w specjalnie do tego przystosowanych urządzeniach. Można też szlifować na szlifierkach do płaszczyzn wyposażonych w specjalne głowice do mocowania zglądów lub ręcznie. Do szlifowania zglądów używa się tarcz pokrytych różnymi warstwami ścierniwa diamentowego w osnowie żywicy, folii z węgla krzemu SiC lub tradycyjnych papierów



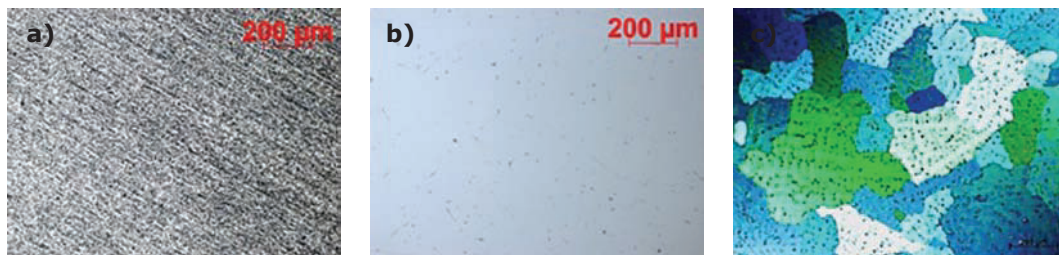
Rys. 2. Przykłady zglądów metalograficznych: a) porowatość spowodowana niedostateczną próżnią podczas inkludowania na zimno; b) pęknięcia spowodowane zbyt krótkim czasem chłodzenia podczas inkludowania na gorąco; c) pęknięcie na krawędzi próbki

ściernych z ziarnem węgla krzemu. Szlifowanie rozpoczyna się z użyciem papieru o najgrubszym ziarnie (rys. 3). Wartość gradacji ziarna dobiera się w zależności od tego, jaką powierzchnię otrzymano podczas cięcia (im gładsza powierzchnia po cięciu, tym dobrany papier powinien mieć mniejszą gradację). Należy pamiętać, że jakość obrabianej powierzchni w dużym stopniu zależy od użytego sprzętu i materiałów eksploatacyjnych. Najważniejszymi parametrami podczas szlifowania są prędkość obrotowa tarczy szlifującej oraz siła docisku próbki. W celu wyeliminowania ewentualnego wpływu temperatury na strukturę proces ten prowadzi się pod strumieniem wody.

Kolejną operacją po szlifowaniu jest **polerowanie**, które ma duży wpływ na wyrazistość struktury. Celem polerowania jest usunięcie warstwy materiału zdeformowanego podczas szlifowania i uzyskanie „lustrzanej” powierzchni próbki. Polerowanie mechaniczne wykonuje się m.in. na suknach polerskich o różnej elastyczności i twardości. Środkiem polerującym najczęściej są zawiesziny mono- i polikrystalicznego diamentu, tlenku krzemu i aluminium o różnej gradacji ziaren (rys. 4). Podczas polerowania nie należy używać dużych prędkości obrotowych tarczy polerskiej, ponieważ wraz ze wzrostem prędkości kątowej tarczy zwiększa się siła odśrodkowa usuwająca cząstki ściernie z jej powierzchni. Ponadto czas polerowania należy skrócić do minimum: zbyt długo-



Rys. 3. Etapy procesu szlifowania – stan powierzchni po: a) cięciu; b) szlifowaniu papierem 62 mm, b) szlifowaniu papierem 15 mm



Rys. 4. Kolejne etapy polerowania i trawienia: a) diament 5 mm – tarcza z włókna octanowego; b) tlenek krzemu 0,04 mm – tarcza z kauczuku neoprenowego; c) trawienie

trwałe polerowanie zwiększa skłonność do wypadania np. wtrąceń niemetalicznych i innych niekoherentnych z osnową cząstek i zanieczyszczeń materiału. Często po polerowaniu realizowane jest trawienie chemiczne lub elektrolityczne celem ujawnienia struktury.

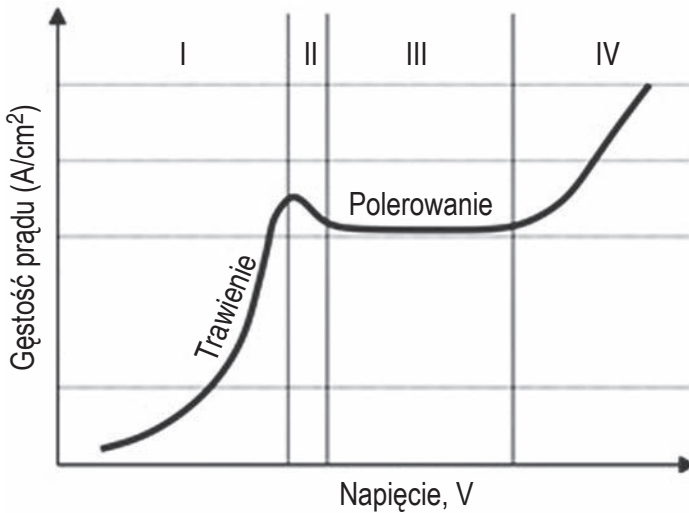
Jedną z rzadziej używanych metod polerowania, jest **polerowanie/trawienie elektrolityczne**. Polerowanie elektrolityczne, znane także jako anodowe roztwarzanie metali, jest jedną z najlepszych metod pozwalających na uzyskanie bardzo gładkiej powierzchni materiałów plastycznych, które podatne są na odkształcenia podczas polerowania mechanicznego. Materiały, które z powodzeniem można polerować lub trawić elektrolitycznie to: miękkie stале austenityczne, stале nierdzewne, aluminium i stopy aluminium, miedź oraz stopy miedzi. Trawienie/polerowanie elektroli-

tyczne zasadniczo powoduje preferencyjne rozpuszczanie obszarów o większej energii powierzchniowej. Stopień zmniejszenia chropowatości definiuje ładunek elektryczny, który przepływa przez elektrolit. W trakcie procesu polerowania elektrolitycznego, wraz ze spadkiem mikro-nierówności, zaokrągleniu ulegają wierzchołki, co sprzyja tworzeniu falistej powierzchni. Elektro-polerowanie nie narusza makroskopowej struktury powierzchni próbki. Aby możliwe było wykonanie procesu elektro-polerowania, powierzchnia próbki musi przewodzić prąd elektryczny.

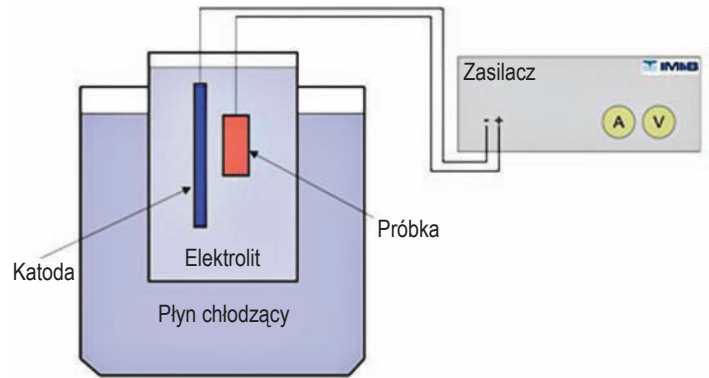
Na rysunku 5 przedstawiono charakterystykę prądowo-napięciową ilustrującą przebieg mechanizmu polerowania/trawienia elektrolitycznego. W strefie I głównym mechanizmem jest roztwarzanie metalu. W obszarze tym następuje trawienie próbki. W strefie

II na powierzchni metalu zaczyna tworzyć się cienka warstwa pasywacyjna. W strefie III następuje stabilizacja warstwy pasywacyjnej oraz rozpuszczenie metalu poprzez dyfuzję, która przebiega przez warstwę pasywacyjną; na tym etapie wierzchołki chropowatej powierzchni są miejscami o większej gęstości prądu, przez co ulegają szybszemu rozpuszczeniu w porównaniu do wgłębień, co w efekcie powoduje wygładzanie powierzchni. Wraz ze wzrostem napięcia (strefa IV) uszkodzeniu ulega warstwa pasywacyjna – powierzchnia metalu zaczyna się utleniać. Na tym etapie tworzą się wżery.

Polerowanie elektrolityczne jest procesem pozwalającym na uzyskanie płaskiej, połyskującej powierzchni metali. Typowa instalacja do polerowania elektrochemicznego (rys. 6) przypomina urządzenie do powlekania galwanicznego. Źródło zasilania



Rys. 5. Charakterystyki prądowo-napięciowe podczas procesu polerowania



Rys. 6. Schemat typowej instalacji do polerowania elektrolitycznego

przekształca prąd zmienny (AC) w prąd stały (DC) o niskim napięciu (zazwyczaj 10-20 V). Polerowana próbka podłączona jest do dodat-

niego zacisku (anoda), natomiast zacisk ujemny do katody. Oba zaciski zanurzone są w elektrolicie, tworząc zamknięty obwód elektryczny.

Zgodnie z przedstawionym schematem, polerowana próbka zanurzona w elektrolicie ładowana jest dodatnio (anodowo). Po włączeniu za-

silania elektrolit pełni funkcję przewodnika, który umożliwia usuwanie jonów metalu z powierzchni. Instalacja do polerowania/trawienia



Poleca:



◀ **Szlifierko-polerki z serii PX**



◀ **Praski**

Więcej informacji na str. 54

Tabela 1. Typowe problemy podczas procesu polerowania elektrolitycznego, ich przyczyny oraz zalecenia

Problem	Przyczyna	Zalecenia
Powierzchnia nie wypolerowana lub wypolerowana częściowo	<ol style="list-style-type: none"> 1. Gęstość prądu zbyt niska 2. Użyć innego elektrolitu 3. Niedostateczna jakość elektrolitu 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Zwiększyć napięcie 2. Zmienić elektrolit 3. Dolać elektrolit
Wżery	<ol style="list-style-type: none"> 1. Za długi czas polerowania 2. Za wysokie napięcie 3. Niedostateczna warstwa anodyzująca 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Poprawić preparatykę przed polerowaniem elektrolitycznym 2. Skrócić czas polerowania 3. Zmniejszyć napięcie 4. Zmniejszyć szybkość przepływu elektrolitu
Powierzchnia jest wytrawiona	<ol style="list-style-type: none"> 1. Nadtrawienie granic ziarn po wyłączeniu zasilania 2. Za niskie napięcie 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Usunąć i wyczyścić próbkę bezpośrednio po polerowaniu 2. Zwiększyć napięcie
Osady na powierzchni	<ol style="list-style-type: none"> 1. nierozpuszczone produkty reakcji chemicznych 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Użyć innego elektrolitu 2. Zwiększyć napięcie
„Falista” powierzchnia	<ol style="list-style-type: none"> 1. Zbyt krótki czas polerowania 2. Użyć innego elektrolitu 3. Poprawić preparatykę przed polerowaniem elektrolitycznym 4. Selektywne trawienie ze względu na obecność różnych faz 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Wydłużyć czas polerowania 2. Zmniejszyć/zwiększyć szybkość przepływu elektrolitu 3. Zmienić elektrolit 4. Poprawić preparatykę przed polerowaniem elektrolitycznym
Plamy, które nie zostały wypolerowane	<ol style="list-style-type: none"> 1. Poduszki gazowe/za wysokie napięcie 2. Poduszki gazowe/zbyt duża szybkość przepływu elektrolitu 3. Temperatura elektrolitu zbyt wysoka 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Zmniejszyć napięcie 2. Dobrać odpowiednią szybkość przepływu elektrolitu 3. Sprawdzić temperaturę elektrolitu

elektrolitycznego często również wyposażona jest w system pozwalający na podgrzewanie, bądź chłodzenie elektrolitu w trakcie procesu. Na wyjaśnienie zjawisk zachodzących w trakcie procesu polerowania elektrochemicznego istnieje kilka teorii. Na powierzchni anody zachodzą reakcje chemiczne i elektrochemiczne, w wyniku czego formuje się szczelna warstwa dyfuzyjna stabilizująca anodową gęstość prądu. Na temat składu i budowy tej warstwy zdania są podzielone: niektórzy badacze uważają, że jest

to lita powłoka typu tlenkowego, natomiast inni, że jest to lepka warstwa bezwodna. Istnieją również źródła literaturowe, które wskazują, że w warstwie tej można wyróżnić dwie strefy:

- wewnętrzną pasywną o grubości kilku Å zbudowaną z tlenków metali anody;
- zewnętrzną lepka o grubości kilkudziesięciu µm, w skład której wchodzi produkty rozpuszczania metali w elektrolicie, składniki elektrolitu oraz jony metalu anody.

Warstwa pasywacyjna stawia duży opór jonom meta-

lu, które mogą przechodzić z powierzchni do elektrolitu, przez co chroni ją przed trawieniem oraz wyrównuje szybkość rozpuszczania się poszczególnych składników mikrostruktury. Warstwa lepka natomiast, wskutek znacznie większej oporności niż elektrolit i różnicowanej grubości (na wierzchołkach jest cieńsza, natomiast we wgłębieniach grubsza), powoduje szybsze rozpuszczanie wierzchołków niż wgłębień. Polerowanie elektrolityczne jest jedną z najpopularniej-

szych metod przygotowywania próbek do analizy EBSD wykonywanej w skaningowym mikroskopie elektronowym. Jest zarazem najefektywniejszą metodą pozwalającą na otrzymanie odpowiedniej jakości powierzchni próbek po odczyszczeniu plastycznym, ponieważ pozwala usunąć mikronaprężenia spowodowane mechanicznym polerowaniem.

W przypadku materiałów, których powierzchnia utlenia się relatywnie szybko zaleca się aby polerowanie elektrolityczne wykonywać w obniżonej temperaturze. Polerowanie niektórych stopów metali np. stopów magnezu, które jest bardzo trudne, powinno być przeprowadzone starannie, natomiast analiza EBSD powinna zostać wykonana bezpośrednio po elektropolerowaniu.

Jakość otrzymanej powierzchni kontrolowana jest przez różne parametry procesu np. napięcie, temperaturę, szybkość przepływu elektrolitu oraz czas polerowania. Należy nadmienić, że niektóre elektrolity charakteryzują się krótką żywotnością. Typowe problemy, ich przyczyny oraz zalecenia podczas procesu elektro-polerowania przedstawiono w tabeli 1.

* Zakład Technologii Procesów Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska w Gliwicach