



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Projekt: Inovace oboru Mechatronika pro Zlínský kraj Registrační číslo:
CZ.1.07/1.1.08/03.0009

Metalografie - příprava vzorku pro pozorování mikroskopem

Metalografie je nauka, která pojednává o vnitřní stavbě kovů a slitin. Jejím cílem je zviditelnění struktury materiálu a následné studium pomocí optického či elektronového mikroskopu.

Metalografie umožňuje:

- *zjišťovat souvislosti mezi strukturou materiálu a jeho vlastnostmi*
- *sledovat a kontrolovat vlastnosti materiálu při jeho výrobě a zpracování (průběžná či mezioperační kontrola)*
- *hledat příčiny vad materiálu nevyhovujících výrobků nebo vysvětlit důvody selhání nějakého zařízení*

Kovy a jejich slitiny jsou materiály neprůhledné a k jejich pozorování tedy používáme optické mikroskopy v režimu **odrazu**. A protože nejvyšší odrazivost mají plochy dokonale rovné a hladké, naším cílem bude připravit vzorek právě s takovou plochou.

Postup přípravy vzorku pro pozorování (tzv. **metalografického výbrusu**) se skládá z několika na sebe navazujících kroků:

- **odběr vzorku**
- **preparace vzorku (pouze u některých vzorků)**
- **broušení**
- **leštění**
- **leptání**

Jednoduché schéma postupu je na **obr.1**. Každý z uvedených kroků velmi výrazně ovlivňuje kvalitu výsledného metalografického výbrusu a proto se preciznost provedení každého kroku projeví na budoucích možnostech pozorování vzorku. V dalších kapitolách je každý z uvedených kroků popsán.



Obr.1: Schéma přípravy metalografického výbrusu

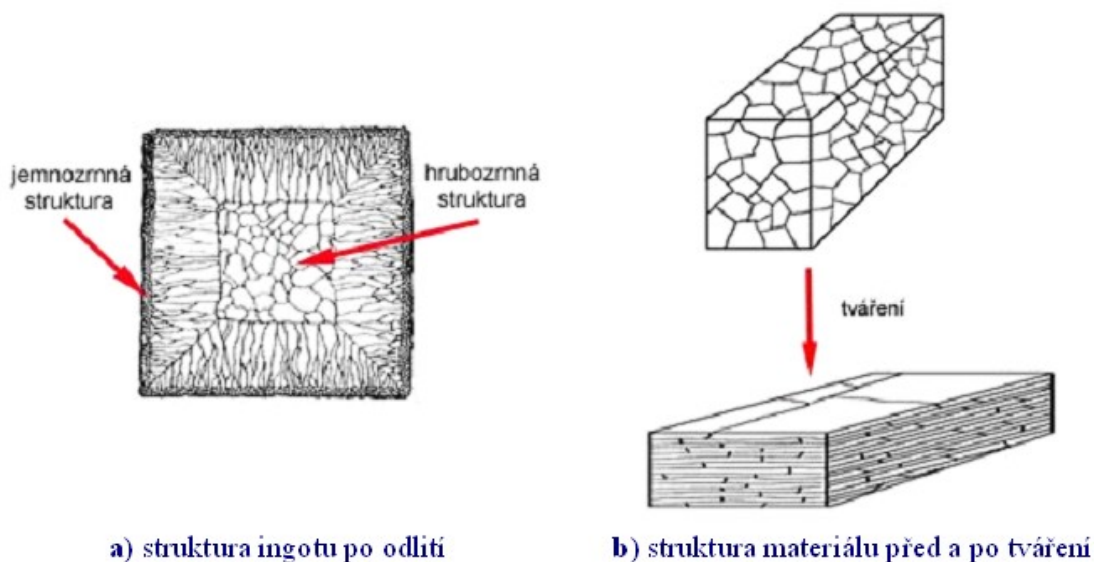


1. Odběr vzorků

Základní pravidlo při odběru vzorku zní:

Odebíraný vzorek musí plně charakterizovat studovaný materiál.

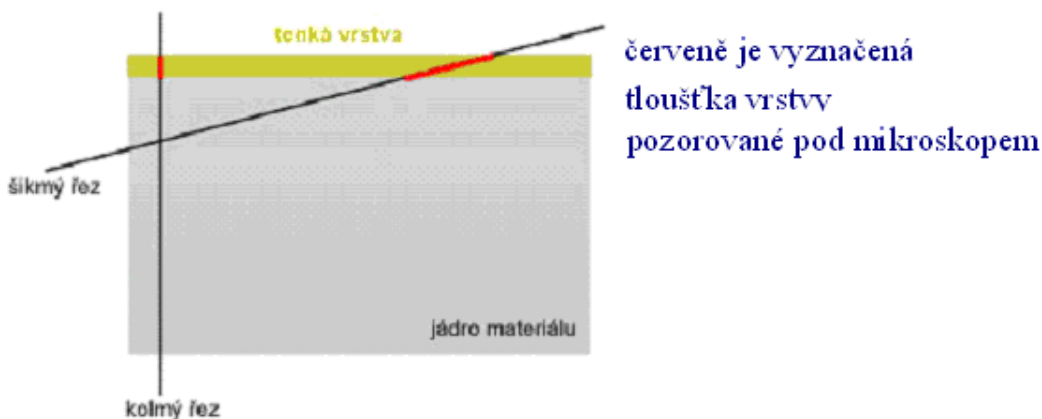
V případě, že k plné charakterizaci původního materiálu nestačí jeden vzorek, musí se odebrat vzorků několik. To je nezbytné v případě vzorků s nehomogenní strukturou, například u litých struktur se vyskytuje odmišlení či nesterodnost struktury způsobená rozdílnou rychlostí ochlazování v okrajových a středových částech odlitku, což se navenek projeví rozdílnou velikostí zrna (viz **obr. 2a**). Podobná situace nastává u materiálů tvářených, kdy vzorek má jinou strukturu ve směru tváření a jinou ve směru kolmém, například při válcování ingotů dochází k protažení zrn uvnitř materiálu v jednom směru (**obr. 2b**).



Obr.2: Heterogenita materiálů

Zvláštním případem jsou vzorky s povrchovými vrstvami. U některých vzorků je přechod mezi tenkou vrstvou a jádrem pozvolný - difúzní (například při sycení povrchu oceli uhlíkem) a plynule se mění také struktura od vrstvy po jádro. Tento přechod musí být součástí odebraného vzorku.

Některé materiály jsou na povrchu opatřeny velmi tenkými vrstvami (například nitridované vrstvy u oceli), které by byly optickým mikroskopem velmi obtížně pozorovatelné. V těchto případech se provádí tzv. **šikmé řezy**, čímž se velikost vrstvy "zvětší" a díky tomu je tenká vrstva i fázové rozhraní mezi tenkou vrstvou a jádrem lépe pozorovatelné, viz **obr. 3**.



Obr.3: Rozdíl mezi kolným a šikmým řezem

V případě, že je naším cílem zjištění příčiny selhání nějakého zařízení, např. při porušení lomem, odebírá se pro metalografii jak vzorek z místa poškození tak vzorek z místa neporušeného.

Techniky odběru vzorku jsou různé (řezání, vrtání, frézování, rozbrušování atd.). Ve většině případů mají uvedené techniky společný jeden rys a tím je intenzivní vznik tepla při dělení materiálu. Uvolněné teplo může vést ke změně struktury - u některých kovů může dojít ke vzniku jiné modifikace, ke vzniku povrchové Beilbyho vrstvy (B-vrstvy), či dokonce k lokálnímu natavení materiálu. Tyto jevy jsou vysoce nežádoucí a proto se uvolněné teplo většinou odvádí použitím různých chladících kapalin při dělení. Proto je nutné způsob dělení materiálu při odběru vzorku dokonale uvážit, zvláště u vzorků s nízkou teplotou tání.

Po odběru vzorků je v některých případech nutné provést preparaci před broušením.

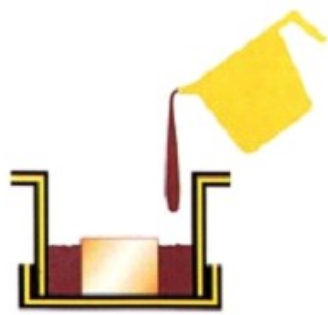


2. Preparace vzorků před broušením

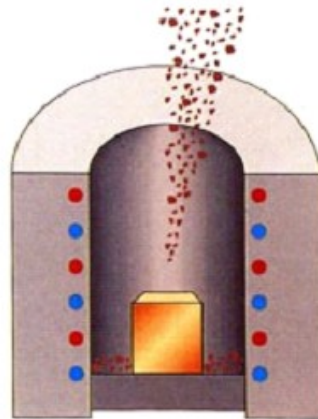
Pokud jsou odebrané části materiálu malé (hodinové součásti, drobné úlomky materiálu, práškový vzorek), je nutné je preparovat v umělé hmotě. Zvětší se tak plocha metalografického výbrusu a usnadní se manipulaci při následném broušení a leštění. V praxi se používají dva základní typy preparace - **za studena** nebo **za tepla**.

Preparaci za studena se používá u vzorků náchylným ke změnám struktury při zvýšených teplotách a provádí se tak, že studovaný vzorek umístěný do speciální nádoby zalijeme kapalinou, která po určité době ztuhne (například Dentakryl), viz **obr.4a**.

Preparace za tepla se používá u vzorků u kterých nehrozí ovlivnění struktury teplem. a provádí se tak, že se vzorek umístěný do vyhřívané "tlakové nádoby" zasype práškem ze speciální umělé hmoty. Tato hmota se při současném působení zvýšené teploty a tlaku roztaví a dokonale obklopí studovaný vzorek, viz **obr. 4b**. Po vychladnutí je vzorek připraven k další proceduře - k broušení.



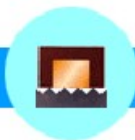
a) za studena zalitím pryskyřicí



b) za tepla zalisováním do plastu

Obr.4: Preparace vzorku

V případě, že je třeba připravit metalografický výbrus z porézních křehkých materiálů se postupuje následovně. Materiál se napustí samotuhnoucím roztokem (pryskyřicí), který vyplní póry uvnitř materiálu, čímž jej zpevní a takový vzorek již lze dále zpracovávat obvyklým způsobem.



3. Broušení

Broušení je operace, při které dochází k intenzivnímu odebrání hmoty z povrchu materiálu. Cílem je dosáhnout rovinného povrchu vzorku s minimálním poškozením, které se snadno odstraní při leštění. Podle techniky provádění se dělí na:

- *ruční broušení*
- *mechanizované broušení (pomocí brusných a leštících strojů)*

Mechanizované broušení se od ručního liší převážně možností dosažení reprodukovatelných podmínek nastavení během broušení (upevnění vzorku, možnost plynule regulovat přítlačnou sílu, otáčky brusného kotouče). Mechanizované broušení se realizuje na univerzálních brusných zařízeních, která umožňují jak broušení tak leštění a navíc umožňují současné broušení či leštění několika vzorků současně. Příklad jednoho univerzálního zařízení pro broušení a leštění je na obr. 5. Vzorek se pohybuje po rotujícím kotouči na němž je uchyten brusný papír.

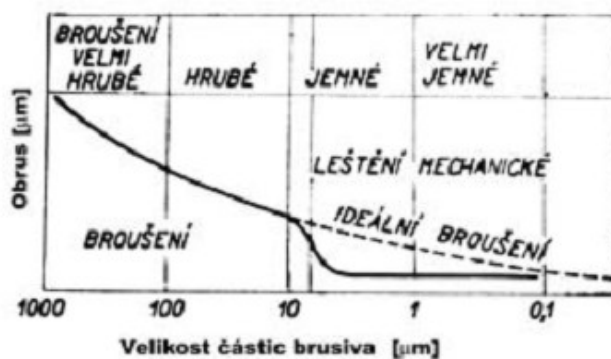


Obr.5: Univerzální brusící a leštící stroj MTH Standard 30 - zpracuje až 6 vzorků současně

V obou případech má na průběh broušení vliv několik faktorů:

- **druh povrchu brusného kotouče** - částice brusiva jsou buď pevně ukotveny na podložce (např. běžný brusný papír) nebo se volně pohybují (rolují) po vhodné podložce (**tzv. lapování**). Broušení se nejčastěji provádí na brusných papírech o různé zrnitosti. Dokonalý výbrus se získá postupným broušením vzorku na stále jemnějších papírech.
- **typ brusiva** - používá se celá řada sloučenin, zejména však: $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, SiC, Si_3N_4 , B_4C , ZrO_2 , C (diamant). Typem brusiva je dána jeho tvrdost. Obecně platí, že čím tvrdší materiál potřebujeme vybrousit, tím tvrdší brusivo je nutné použít. Pro většinu materiálů je však postačující SiC nebo $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.
- **velikost a tvar částic brusiva** - pro účely broušení je výhodné, mají-li částice brusiva tvar nepravidelných mnohostěnů.
Podle velikosti zrn brusiva rozlišujeme broušení na:
 - o **velmi hrubé (1000-100 μm)**
 - o **hrubé (100-10 μm)**
 - o **jemné (10-1 μm)**
 - o **velmi jemné (1-0,1 μm)**

Tato situace je schematicky znázorněna na **obr. 6**



Obr. 6: Obecná křivka obrusu při leštění a broušení

V praxi se lze setkat s různým značením brusných papírů - americkým a evropským. Rozdíly jsou patrné z **tab. I**:

Americké značení	Evropské značení FEPA	Velikost zrn brusiva [μm]
50	50	350
60	60	250 - 315
80	80	160 - 200
120	120	100 - 125
180	180	63 - 180
240	280	50 - 63
320	400	32 - 40
400	800	22 - 32
600	1 200	10 - 15
800	2 400	7 - 10
1 200	4 000	5

Tabulka I: Americký a evropský způsob značení brusných papírů

- **velikost přitlačné síly**, v běžné praxi se podle typu a velikosti pohybuje v rozmezí 1 - 100 N
- **rychlost otáčení kotouče**, v běžné praxi bývá v rozmezí 30 - 150 otáček za minutu
- **použití smáčedlo a chladící médium**, omezuje zahřívání vzorku během broušení a brání tak vzniku B-vrstvy, používá se celá řada druhů smáčedel na bázi vodní, ethanolové, atd.

Jak již bylo řečeno, při broušení a při jakémkoliv mechanickém ovlivňování povrchu vzorku je materiál i do určité hloubky tvářen. Díky tomu na povrchu vzniká souvislá vrstva tvářeného kovu, nazývaná Beilbyho vrstva nebo také B-vrstva. Materiál tak ztrácí původní strukturu, což ztěžuje nebo úplně znemožňuje její studium. Tloušťka tvářené vrstvy závisí především na místním zvýšení teploty, které je úměrné tlaku a rychlosti broušení a běžně se pohybuje řádově v desetinách milimetru. Tloušťku B-vrstvy vzniklou broušením jsme schopni odhadnout na základě znalosti velikosti částic použitých při broušení. V tom případě má vrstva tloušťku odpovídající jedné desetině až jedné šestině průměrné velikosti částic brusiva. Tloušťku B-vrstvy lze zmenšit přiváděním vhodné chladící tekutiny.

Pokud máme vzorek vybroušen jak je třeba, je vhodné ho zbavit (obzvláště pokud je porézní) částic brusiva ulpělých uvnitř pórů například ultrazvukovou čističkou. Ulpělé částice by mohly během následujícího leštění vzlínat z pórů a degradovat tak povrch vzorku.

4. Leštění

Leštění je dalším krokem na cestě za kvalitním výbrusem. Na rozdíl od broušení při leštění již materiál z povrchu vzorku neubývá, ale nastává pouze deformace vrcholů povrchové drsnosti. V zásadě existují tři způsoby leštění vzorku:

- **mechanické**
- **elektrolytické**
- **chemické**

Mechanické leštění

Princip **mechanického leštění** je do značné míry obdobný mechanismu broušení. Opět se vzorek vystavuje působení tlaku na rotující kotouč s leštícím materiálem. Deformace povrchových nerovností vzorku nastává tlakem leštícího média. Prakticky již nedochází k odebrání hmoty vzorku na rozdíl od předchozího broušení, jak je patrné z **obr.6**. Tvářená B-vrstva dostává při mechanickém leštění konečný tvar a velikost. Mechanické leštění ovlivňují stejné faktory jako při broušení:

- **materiál leštícího kotouče** - buď se používá textilní sukno (klasický způsob - nejčastější) nebo speciální kovové podložky do nichž jsou leštící částice zalisovány (moderní způsob)
- **typ částic** - liší se chemickým složením a tedy i tvrdostí. Používají se zejména $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, Cr_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , CeO_2 , C (diamant). Univerzálním, ale také nejdražším leštícím prostředkem je diamantový prášek. Pro měkké materiály, např. slitiny

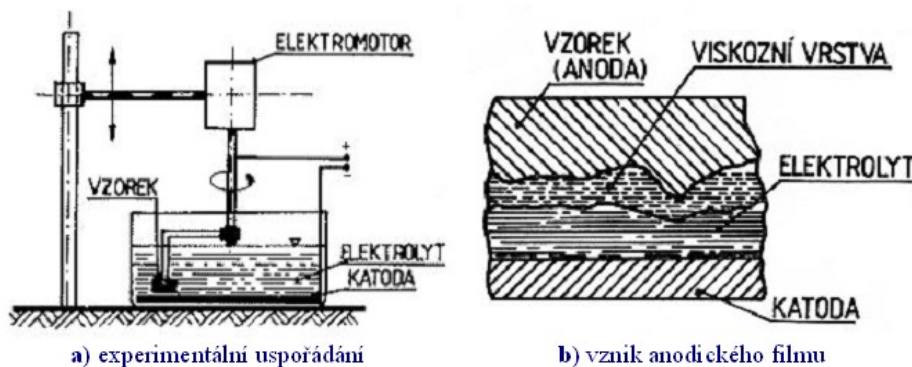
drahých kovů je oblíbeným prostředkem Fe_2O_3 . MgO je díky nestálosti na vzduchu (absorpce vlhkosti a CO_2) používán velmi zřídka.

- **velikost a tvar částic** - preferují se částice oblého charakteru, které pouze zahlazují povrch vzorku
- **smáčedlo a chladící médium** - používá se menšího množství tekutiny, poněvadž ochlazování nemusí být tak intenzivní jako u broušení. Aby tvářená vrstva byla co nejmenší, používá se leštících prášků ve formě vodné suspenze.
- **rychlost otáčení kotouče, velikost přitlačné síly** - mají stejný vliv i význam jako u broušení.

Kromě mechanického leštění se v metalografii používá také **leštění elektrolytické**.

Elektrolytické leštění

Elektrolytické leštění je založeno na zcela jiném principu než mechanické leštění. Princip je patrný z **obr. 7**.

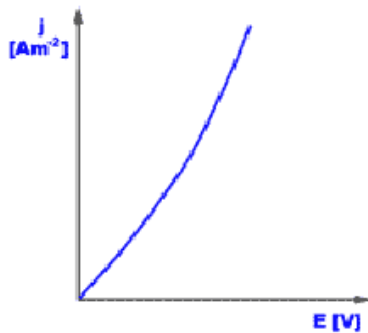


Obr.7: Princip elektrolytického leštění

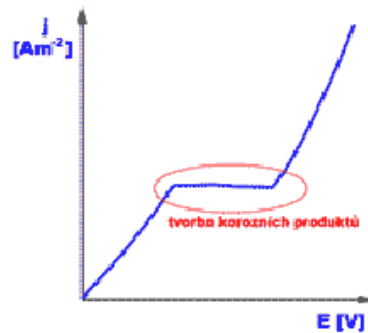
Vzorek je zapojen jako anoda a je ponořen do elektrolytu. Při průchodu proudu mezi vzorkem a katodou z nerezavějící oceli (viz **obr.7a**) se za vhodných podmínek vytvoří na povrchu vybroušeného vzorku viskózní film produktů (anodický film), který má velmi nízkou elektrickou vodivost. Tloušťka anodického filmu není všude stejná - nejsilnější je v místech prohlubní vzorku a naopak nejslabší nad výstupky (viz **obr.7b**). Proudová hustota je největší v těch místech, kde je tloušťka filmu nejmenší (tam vrstva produktů klade elektrickému proudu nejmenší odpor). Proto se výstupky na vzorku při správných pracovních podmínkách rozpouštějí a povrch kovu se postupně uhlazuje.

Elektrolytické leštění ovlivňují následující faktory:

- **složení elektrolytu a jeho teplota** - elektrolyty mají buď kyselé (nejčastěji) nebo zásaditý charakter. Kyselé elektrolyty bývají na bázi roztoků směsí kyselin chloristé, sírové či fosforečné. Zásadité elektrolyty bývají na bázi roztoků hydroxidů alkalických kovů či kyanidů. Správnou volbu typu elektrolytu si můžeme ověřit tak, že pro daný materiál v daných podmínkách naměříme tzv. polarizační křivku. Podle jejího charakteru, lze rozhodnout zdali daný materiál bude možné v daném elektrolytu elektrolyticky leštit či nikoliv. Polarizační křivka kovu u kterého v daném elektrolytu není možné provádět elektrolytické leštění je na **obr. 8a** a na **obr. 8b** je křivka pro kov leštitelný. Podle typu elektrolytu (pro každý materiál nutno volit individuálně) se volí rovněž jeho teplota a udržuje se termostátováním.



a) polarizační křivka kovu elektrolyticky nelešitelného



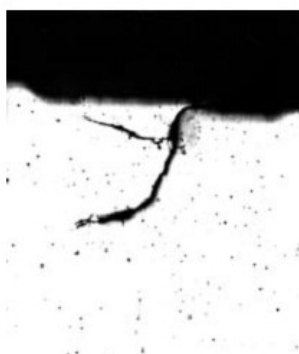
b) polarizační křivka kovu elektrolyticky lešitelného

Obr.8: Rozdělení materiálů pro elektrolytické leštění

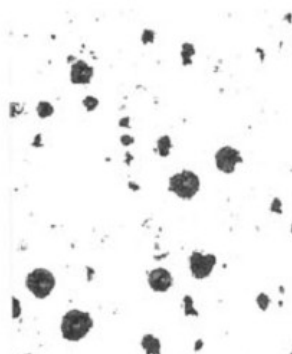
- **proudové podmínky** - nastavují se individuálně podle druhu vzorku
- **vzdálenost elektrod** - nastavuje se individuálně podle druhu vzorku, ale obecně musí být nízká
- **plocha vzorku** - z ní je odvozena proudová hustota, nastavuje se individuálně podle druhu vzorku
- **rychlost proudění elektrolytu** - je nutno udržet stabilní anodický film, takže proudění musí být maximálně potlačeno

Hlavní předností elektrolytického leštění je, že při něm nedochází ke vzniku B-vrstvy. Hlavní nevýhodou je, že současně s leštěním povrchu vzorku dochází k současnému naleptání struktury. Elektrolytické leštění není univerzální jako mechanické leštění a nelze ho použít pro všechny materiály. Může např. docházet k selektivnímu rozpouštění méně ušlechtilých strukturních složek (vměstky). Elektrolytické leštění se uplatňuje zejména u měkkých materiálů u nichž se tvoří při mechanickém leštění rýhy a vzniká silná B-vrstva.

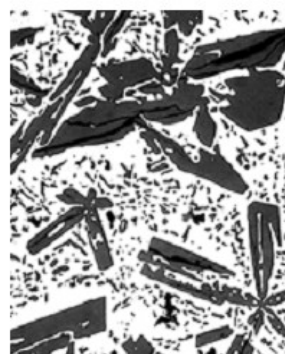
Po procesu leštění již může být vzorek pozorován optickým mikroskopem. Pozorovány mohou být různé povrchové defekty vzorku, například trhliny (**obr.9 a**), staženiny, plynové bubliny a některé fáze, např. grafit v litině (**obr.9 b**), křemík ve slitinách Al-Si (**obr.9 c**), intermediální fáze či rozměrnější vměstky.



a) povrchová trhlina u vzorku oceli



b) litina s kuličkovým grafitem
(šedočerné útvary - grafit)



c) slitina AlSi30
(tmavé polyedry - primární křemík,
jemné částice - eutektický křemík v
matrici tuhého roztoku α)

Obr.9: Ukázky naleptaných struktur

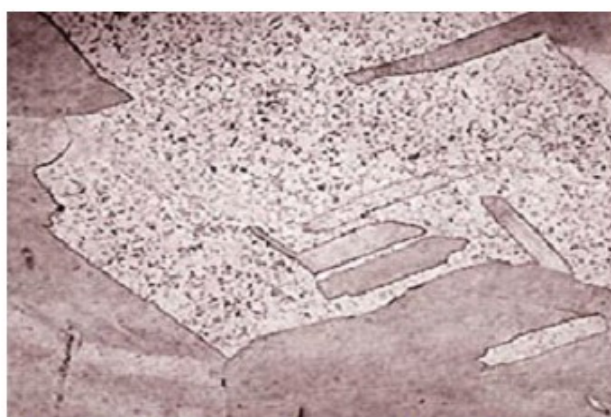
Potřebujeme-li o struktuře studovaného materiálu zjistit podrobnější informace, je nutné provést leptání.



5. Leptání

Leptání je proces, při kterém dochází ke zviditelnění jednotlivých strukturních součástí. Struktura kovového materiálu je po mechanickém broušení a leštění zakryta tvářenou B-vrstvou. Abychom mohli strukturu pozorovat, je třeba tuto vrstvu chemicky odstranit.

Snímek na **obr.10** ukazuje typický projev přítomnosti B-vrstvy. Na obrázku je zachycena struktura vzorku rekrystalizované mědi. Dobře zřetelné jsou hranice jednotlivých zrn. Na zrnech jsou však patrné tmavé tečky, které nemají nic společného se strukturou materiálu, jsou pouze důsledkem nešetrného provádění broušení a leštění. Takový snímek není publikovatelný. Je proto nutné vzorek opět vyleštit a poté znovu naleptat. Na vzorku by již měl být patrný menší počet teček. Pokud bychom ani tentokrát nebyla kvalita výbrusu dostačující, bylo by nutné procesy leštění a leptání opakovat tolikrát, až by výbrus byl podle našich představ.

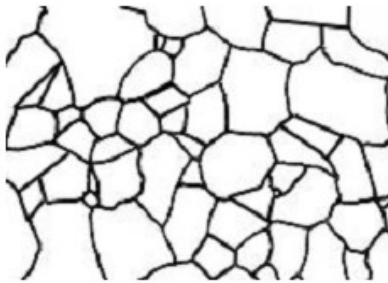


Obr.10: Typický projev povrchové B-vrstvy u vzorku rekrystalizované mědi

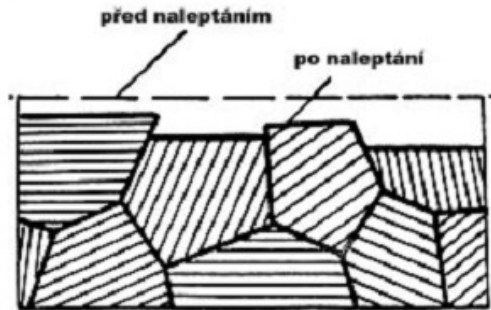
Leptání se provádí ponořením vzorku do vybraného leptacího činidla o správné koncentraci a teplotě po určitou dobu. Leptací činidlo na povrchu vzorku napadá přednostně energeticky bohatá místa, např. hranice zrn, fázová rozhraní mezi různými fázemi, místa bohatá na uloženou deformační energii (B-vrstva). Způsob leptání materiálu lze rovněž volit volbou činidla a pracovní teploty. V praxi se rozlišuje několik základních způsobů leptání:

- **Leptání na hranice zrna** - používá se u většiny materiálů, ale zejména u 32tuhých roztoků. Při tomto způsobu leptání dochází k napadání hranic zrn a díky tomu lze zviditelnit jednotlivá zrna materiálu a studovat jejich tvar a velikost, viz **obr. 11a**. při tomto způsobu leptání nedochází k barevnému odlišení jednotlivých zrn.
- **Plošné leptání** – používá se pro barevné rozlišení jednotlivých zrn. Polykrystalický materiál je vlastně konglomerát složený z jednotlivých monokrystalů. Z krystalografického hlediska jsou rozmístěny náhodně. Každé krystalografické rovině přísluší jiná energie a proto se každé zrno na povrchu leptá různě. Díky tomu vzniká na povrchu vzorku typický reliéf, viz **obr.11b**. Plochy jednotlivých zrn rozdílně odrážejí a rozptylují dopadající světlo a jeví se tedy tmavší nebo světlejší.
- **Selektivní leptání** - používá se pro barevné odlišení jednotlivých strukturních součástí. Fáze přítomné na povrchu vzorku mají různou ušlechtilost a proto také odlišně odolávají chemickým leptacím činidlům. Některé fáze se rozpouštějí rychleji, ostatní pomaleji. Některá leptadla vytvářejí na povrchu vzorku oxidické vrstvy, které mají na

zrnch různých fází rozdílou tloušťku. Tato zrna mají vzhledem k interferenci světla v oxidické vrstvičce různá zbarvení. Jiná možnost selektivního leptání je použití takového leptadla, které s určitou strukturou součástí vytváří chemickou sloučeninu odlišného zbarvení, než mají okolní strukturální součásti.



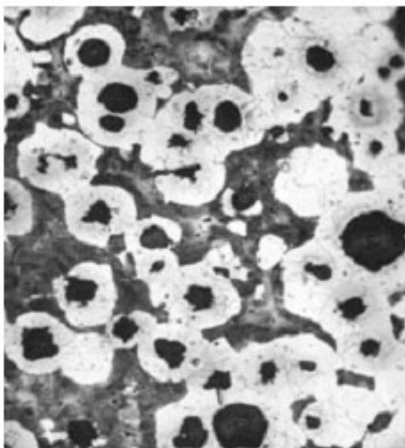
a) leptání na hranice zrna



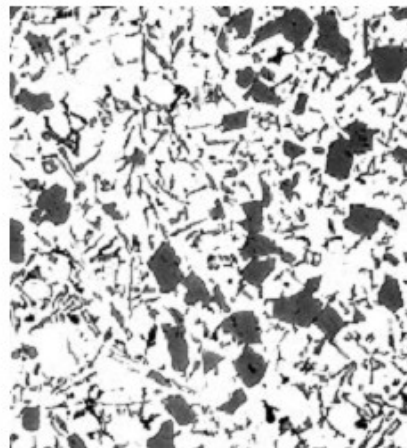
b) plošné leptání

Obr.11: Princip leptání

Následující snímky ukazují příklady struktur vybraných slitin po leptání.



a) litina s kuličkovým grafitem - struktura stejného materiálu jako na obr. 9b (leptáním se zviditelnila feriticko - perlitická matrice)



b) slitina AlSi20 (došlo k naleptání hranic zrn a tím ke zvýšení kontrastu - kontrastní struktury se dobře zaostřují a pořízené fotografie pak vypadají mnohem lépe)

Obr.12: Příklady struktur vybraných slitin po leptání