

Prof. Ing. Radomila Konečná, PhD.
Ing. Stanislava Fintová, PhD.

Praktická metalografia

Projekt KEGA č. 3/6110/08

OBSAH

1 Úvod	4
2 Príprava metalografických vzoriek	6
2.1 Miesto odberu	6
2.1.1 Odber vzoriek podľa technológie výroby	6
2.1.2 Odber vzoriek podľa rozmerov výrobku	6
2.1.3 Odber vzoriek podľa cieľov.....	7
2.1.4 Odber vzoriek pre výskumné programy	7
2.2 Spôsob odberu vzoriek	8
2.2.1 Odlamovanie	9
2.2.2 Strihanie	9
2.2.3 Rozbrusovanie	9
2.3 Preparácia	10
2.3.1 Čistenie	11
2.3.2 Spôsoby preparácie	11
2.4 Brúsenie	16
2.5 Leštenie	20
2.5.1 Leštiace brusivo	23
2.5.2 Leštiace látky	23
2.5.3 Elektromechanické leštenie	25
2.6 Leptanie	25
3 Základy svetelnej mikroskopie	31
3.1 Svetelný metalografický mikroskop	31
3.2 Manipulácia so svetelným mikroskopom	34
4 Nekonenčné metódy	39
4.1 Farebný kontrast v metalografii	39
4.1.1 Metódy vyvolania farebného kontrastu	39
4.1.2 Farebné leptadlá a ich použitie	43
4.2 Metódy kvantitatívneho hodnotenia štruktúrnych parametrov	46
4.2.1 Základné faktory vplyvajúce na merania	47
4.2.2 Metódy hodnotenia	48
4.2.3 Meranie hrúbky a hĺbky vrstiev	48
4.2.4 Objemový podiel fáz a iných štruktúrnych súčastí	49
4.2.5 Meranie veľkosti zŕn	52
4.2.6 Hodnotenie inklúzií	56
4.2.7 Vzdialenosť hodnotených štruktúrnych súčastí	58
4.2.8 Hodnotenie tvaru častíc	59
4.2.9 Analýza pomocou programov pre obrazovú analýzu	60
4.2.10 Hodnotenie častíc a defektov pomocou najväčších extrémnych hodnôt	61

5 Metalografická analýza vybraných materiálov	66
5.1 Základné mikroštruktúry uhlíkových ocelí	67
5.2 Štruktúra bielych liatin	71
5.3 Štruktúra grafitických liatin	71
5.4 Štruktúra podeutektických silumínov	79
Literatúra	85

1 Úvod

Metalografia je vo svojej podstate náuka o vnútornej štruktúre kovových materiálov a je experimentálnou metódou náuky o materiáli. V nadväznosti na technický rozvoj sa v súčasnosti sústreďuje nielen na kovové materiály, ale aj keramické, minerály a polyméry. S tým súvisí aj diskusia, či je vhodnejšie používať termín „metalografia“ alebo „materiálografia“, nakoľko štúdium mikroštruktúry sa dotýka všetkých pevných látok. Aj keď druhý z uvedených termínov by presnejšie popisoval súčasné komplexné štúdium materiálov, tak bude aj naďalej v tejto príručke, s ohľadom na jej zameranie predovšetkým na kovové materiály, používaný doposiaľ zaužívaný pojem metalografia.

Metalografia je užitočná predovšetkým ako metalurgický prostriedok pre výrobu aj výskum. Využíva sa pri štúdiu materiálov už takmer 120 rokov, pričom bol za tento čas vyvinutý celý rad nových metód a techník aplikovateľných pri štúdiu štruktúry materiálov. V širšom význame je možné prezentovať metalografiu, pri využití všetkých v súčasnosti dostupných techník, ako most pokrývajúci materiálovú vedu cez fyzikálnu metalurgiu až po inžiniersku prax. Použitie zväčšenie sa tak môže pohybovať rádovo od metrov po atomárne rozmery v nanometroch.

V bežnej praxi metalografia zahŕňa skúmanie materiálov pri použití optickej mikroskopie a zameriava sa na kvalitatívne a kvantitatívne charakterizovanie ich mikroštruktúry. Základnou štruktúrnou jednotkou v metalografii je fáza. Mikroštruktúra je charakterizovaná veľkosťou, tvarom, usporiadaním, množstvom, druhom a orientáciou fáz a defektmi týchto fáz. Metalografia ako jedna z mála disciplín materiálového a metalurgického výskumu môže predikovať a vysvetľovať celý rad vlastností praktického významu a stáva sa tak zdrojom informácií dôležitých pre výrobu a použitie jednotlivých materiálov. Má tak kľúčové postavenie pri objasňovaní príčin materiálových defektov a technologických problémov počas spracovania polotovarov a havárií strojných súčastí alebo celých konštrukcií.

Metalografia sleduje zmeny, ktoré v materiáli prebiehajú vplyvom teploty a podmienok ochladzovania, ako pri prechode zo skupenstva kvapalného do tuhého, tak aj premeny, ktoré prebiehajú v tuhom stave pri teplotných zmenách a v priebehu spracovania kovov. Sleduje vplyv času na tieto premeny, objemové a deformačné zmeny, zmeny napätia, vlastnosti mechanické i chemické (odolnosť voči korózii).

Svetelná (optická) metalografická mikroskopia je základnou metódou štúdia štruktúry kovov. Je založená na pozorovaní odrazeného svetla od rovinných rezov vzoriek kovových materiálov svetelným metalografickým mikroskopom. Táto metóda umožňuje pozorovať a hodnotiť štruktúrne útvary s rozmerom v rovinnom reze rádovo 10^3 až 10^6 nm (zv. 100 až 2000 x). Je však súčasne potrebné si uvedomiť, že štruktúrne zložky majú v materiáli trojrozmerné usporiadanie. Aj keď popis štruktúry materiálov pri použití svetelnej mikroskopie je limitovaný jej rozlišovacou schopnosťou, ostane aj v ďalšej budúcnosti základnou metódou získania prvých základných informácií o analyzovanom materiáli, či už z hľadiska štúdia vývojových materiálov alebo pre zistenie príčin porušenia súčastí.

Svetelná mikroskopia sa bežne používa pri kontrole štruktúrneho stavu kovových materiálov. Skúmanie štruktúry má nielen teoretický, ale i značný praktický význam a je základnou disciplínou náuky o kovoch. Dovoľuje napríklad hodnotiť akosť výroby kovových materiálov i zložité procesy ich spracovania, umožňuje posúdiť vhodnosť materiálu pre daný účel, odhaliť rozsah a príčiny defektov materiálu a podobne.

Zabezpečenie reprodukovateľnej prípravy vzoriek a rozpoznávanie jednotlivých fáz bolo predpokladom k použitiu svetelnej mikroskopie v metalografii a jej uznania ako vedeckej metódy štúdia štruktúry kovov.

Štúdium vnútornej stavby - štruktúry je experimentálne východisko pre poznanie štruktúry zliatin. Štruktúra materiálu je prejav kryštalickej stavby kovov alebo zliatin na vhodne upravenom rovinnom reze. Fyzikálna chémia a teória fázových premien predstavujú teoretické východisko pre poznanie zákonitostí vzniku a premien štruktúry zliatin.

Metalografia je metóda, ktorá napomáha pri kontrole kvality výrobného procesu výrobkov z kovových materiálov, určovaní príčin porušenia z hľadiska štruktúry (získané informácie sa využívajú pri štúdiu lomových plôch, ktorými sa ďalej zaoberá fraktografia), kontrole technologického postupu a vývoji a výskume nových materiálov.

Pri komplexnom popise štruktúry je potrebné si uvedomiť, že existujú fázy, ktoré sa nachádzajú pod rozlišovacou schopnosťou svetelného mikroskopu, a v takom prípade je potrebné využiť nové moderné metódy štúdia štruktúry ako sú laserová skenovacia konfokálna mikroskopia, transmisná a rastrovacía elektrónová mikroskopia, röntgenová a difrakčná fázová analýza, elektrónová chemická mikroanalýza, Augerova elektrónová mikroanalýza, difrakcia v späťne odrazených elektrónoch (EBSD), mikroskopia atómových síl (AFM) atď.

2 Príprava metalografických vzoriek

Základnou požiadavkou metalografickej analýzy je získať vzorku s rovnakými vlastnosťami, ako má analyzovaný materiál. Je potrebné určiť miesta a spôsob odberu reprezentatívnych vzoriek tak, aby boli získané všetky informácie o analyzovanom materiáli. Štruktúra materiálu sa pozoruje na vhodne odobratej vzorke, ktorá sa musí pre pozorovanie na metalografickom mikroskope upravovať aplikovaním ďalších etáp prípravy vzoriek, a to brúsením, leštením a leptaním, aj keď niektoré štruktúrne charakteristiky je možné hodnotiť na leštenom povrchu bez leptania. Pozorovaná plocha musí byť dokonale rovná a bez prítomnosti rýh. Metalografické vzorky sa odoberajú a pripravujú v laboratóriu prípravy metalografických vzoriek.

2.1 Miesto odberu

Vzhľadom k tomu, že metalografia poskytuje obraz (informácie) o charaktere štruktúry iba v danom metalografickom reze, je základným faktorom, ovplyvňujúcim správny výsledok metalografickej analýzy, spôsob a miesto odberu vzorky. Odber vzoriek musí byť realizovaný tak, aby štruktúra v sledovanom metalografickom reze nebola tepelne ani mechanicky ovplyvnená. Odobraté vzorky musia byť charakteristické pre daný materiál ako z hľadiska chemického zloženia, tak aj z hľadiska fyzikálnych vlastností, ktoré sú odlišné podľa technológie výroby.

2.1.1 Odber vzoriek podľa technológie výroby

Z valcovaných výrobkov, ako sú napr. plechy, zvitky a pod., je možné odobrať vzorky z troch rovín, a to v reze rovnobežnom so smerom valcovania, v smere priečnom na smer valcovania a v reze paralelnom s povrchom (plošný rez). Pri valcovaných, ťahaných a lisovaných výrobkoch, ako sú napr. drôty, kruhové a profilové kovové výrobky, sa vzorky podľa symetrie profilu odoberajú ako pozdĺžne alebo priečne rezy. Pre kované alebo liate výrobky by mali byť všetky rezy rovnocenné. Pokiaľ je štruktúra rôzna, odoberajú sa vždy dve vzorky v rezoch na seba kolmých podľa symetrie výrobku. Pri odliatkoch, ktoré majú rôzne hrúbky stien a tým aj odpovedajúcu rôznu rýchlosť ochladzovania v daných oblastiach, sa odoberajú vzorky podľa daných hrúbok.

2.1.2 Odber vzoriek podľa rozmerov výrobku

Pri výrobkoch väčších rozmerov sa vzorky odoberajú podľa ich umiestnenia po priereze. Odoberajú sa vzorky z povrchu, z vnútornej časti a stredovej časti výrobku, nakoľko sa štruktúra povrchu a stredu navzájom líši. Je tomu tak napr. u výrobkov z ocelí neupokojených, chemicko-tepelne spracovaných, kalených alebo zušľachtených a výrobkov s kovovými povrchmi. V prípade tenkých kovových povlakov alebo vrstiev (napr. pozinkované, pocínované, nitridované atď.) sa odoberajú šikmé rezy tak, aby sa zväčšila analyzovaná hrúbka povlaku alebo vrstvy.

2.1.3 Odber vzoriek podľa cieľov

- a) Odber vzoriek pre metalografické analýzy je zameraný na sledovanie akosti materiálu a výrobkov, pričom kontroly sa uskutočňujú aj v medzioperáciách. Odber vzoriek je predpísaný preberajúcimi podmienkami, predpismi výrobcov alebo normami (stanovenie štruktúrne voľného cementitu, riadkovitosti, Widtmannstättenovej štruktúry, veľkosti zŕn, hĺbky oduhličenia, hĺbky cementačnej vrstvy, hodnotenie štruktúrnych zložiek liatin). Pre skúšky makroštruktúry sa spravidla odoberajú priečne rezy, pozdĺžne rezy sa volia pri defektoch kolmých na os skúšaného výrobku alebo pri sledovaní charakteru zŕn po deformácii. Pre skúšky zvarov sa volia priečne rezy, pozdĺžne rezy sa zhotovujú v prípade priečných defektov zvarov. Pri bežných porovnávacích metódach pre stanovenie čistoty materiálu sa zhotovujú pozdĺžne rezy a pre kvantitatívne metódy sa volia rezy priečne.
- b) Odber vzoriek pre komplexné štúdium defektov a lomov vyžaduje komplexný rozbor pre stanovenie príčiny lomu alebo vzniku defektov, pretože defekty môžu vzniknúť z materiálových, technologických alebo prevádzkových dôvodov. Okrem metalografického rozboru je potrebný rozbor chemického zloženia, stanovenie mechanických skúšok a často aj uskutočnenie fyzikálnych skúšok (röntgenografia, difraktografia atď.). Vzhľadom na zložitosť problému nie sú stanovené jednotné pravidlá komplexného rozboru, ale vo všeobecnosti platí, že pred vlastným odberom vzoriek je potrebné defekt alebo lom zdokumentovať a po zvážení všetkých faktorov, ktoré sa mohli podieľať na vzniku defektu alebo lomu, určiť miesta odberu vzoriek, a to nielen pre metalografický rozbor, ale aj pre ostatné skúšky.

Určovanie príčin vzniku defektov vytváraných pri hutníckej alebo strojárскеj výrobe vyžaduje najskôr zmapovať početnosť, veľkosť, tvar a rozloženie defektov vo výrobkoch. Charakteristické miesta defektov je potrebné zdokumentovať a následne odobrať vzorky pre metalografickú analýzu. Takmer zásadne sa odoberajú vzorky naprieč dlhšou stranou defektu, pri pozdĺžnych defektoch sa vzorky odoberajú ako priečne rezy na smer tvárnenia, u priečných defektov v reze pozdĺžnom voči osi odliatku alebo v smere tvárnenia. Pre kruhové defekty alebo nepravidelnú sieťku trhlín na povrchu výrobku sa dáva prednosť priečnemu rezu. Vždy je však potrebné odberať vzorky ako v miestach výskytu defektov a lomu, tak aj vzorky z miest bez defektov. V prípade výskytu drobných povrchových defektov je vhodné doplniť odber vzoriek o vzorky rovnobežné s povrchom, teda vzorky plošné. Prítomnosť vnútorných defektov a miesta ich výskytu je potrebné identifikovať nedeštruktívnymi metódami.

Určovanie príčin vzniku defektov tvoriacich sa v prevádzke sa zameriava na praskliny a lomy. Najskôr je potrebné posúdiť dodaný stav výrobku, charakter jeho namáhania a podmienky, pri ktorých došlo k havárii súčiastky. Pri zisťovaní príčin lomov je potrebné lomovú plochu očistiť, analyzovať a dokumentovať. V prípade únavových lomov je potrebné určiť miesto iniciácie únavového lomu a určiť veľkosť plochy stabilného (únavová oblasť) a nestabilného (oblasť statického dolomenia) šírenia trhliny. Vzorky sa odoberajú zásadne kolmo na lomovú plochu z miesta predpokladanej iniciácie, poprípade aj z ďalších miest. V rovnakom smere sa odoberajú aj vzorky z neporušenej časti.

2.1.4 Odber vzoriek pre výskumné programy

Odber vzoriek si riadi výskumník, pričom je potrebné zabezpečiť vhodný odber vzoriek, ktorý poskytne dostatočné informácie o materiáli. Všeobecne platí, že spôsob odberu vzoriek a miesto odberu musí byť pri jednotlivých súboroch rovnaký.

2.2 Spôsob odberu vzoriek

Podľa veľkosti alebo tvaru posudzovaného materiálu je potrebné odobrať reprezentatívnu vzorku. Cieľom je odobrať vzorku tak, aby došlo na jej povrchu k čo najmenšej deformácii bez tepelného ovplyvnenia. Potrebne je získať rovinný povrch, ktorý zjednoduší jednotlivé etapy prípravy vzoriek.



Obr. 1 Rezacie zariadenia od veľkých píl po presné píly, upínacie pomôcky a rozbrusovacie kotúče

Vo všeobecnosti je možné použiť celý rad metód obrábania ako rezanie pilou, strihanie, frézovanie, sústruženie, rezanie plameňom, odlamovaním atď., ale s ohľadom na vyššie uvedené požiadavky je najvhodnejší spôsob použitie abrazívneho rozbrusovania za mokra. Firmy, ktoré sa zameriavajú na výrobu prístrojov pre metalografickú prípravu vzoriek (Struers, Buehler, LECO, MTH a iné) vyrábajú celý rad zariadení vhodných pre odber vzoriek od veľkokapacitných rozbrusovačiek po presné píly (obr. 2) s možnosťou odberu veľmi tenkých vzoriek.



Obr. 2 Presná píla na rozbrusovanie metalografických vzoriek firmy MTH

2.2.1 Odlamovanie

Pri odbere vzoriek z kalených ocelí, martenzitických ocelí s vysokou tvrdosťou, je možné použiť rozbrusovanie zamokra, avšak je veľmi problematické eliminovať tepelné ovplyvnenie štruktúry. V takom prípade, ako aj v prípade tvrdých a krehkých materiálov (biela liatina, nástrojové ocele, karbidy, keramika) je vhodné použiť frakciovanie (rozlamovanie, kúskovanie) materiálu, kedy sa kladivom odlomí kúsok materiálu a výbrus sa zhotoví na lomovej ploche. V prípade menej krehkých materiálov je vhodné ochladiť materiál v tekutom dusíku, aby lomová plocha pre prípravu bola rovinná.

2.2.2 Strihanie

Vzorky z plechov vyrobených z nízkouhlíkových ocelí a iných tenkých a dostatočne mäkkých materiálov je možné odobrať strihaním. V tomto prípade je tepelné ovplyvnenie malé, ale dochádza k väčšej deformácii, a preto táto metóda nie je vhodná pre materiály, ktoré sú náchylné k vzniku deformačných dvojčiat. Plochu, ktorá bola deformačne ovplyvnená, je potrebné odstrániť brúsením. Strihanie patrí medzi jednoduché, rýchle a efektívne metódy odberu vzoriek.

2.2.3 Rozbrusovanie

Medzi najčastejšie používané metódy odberu vzoriek patrí rozbrusovanie, pričom najviac sa používa rozbrusovanie za mokra. Výhodou tejto metódy odberu vzoriek je, že takto získaná rezná plocha je vysoko kvalitná. Pri rozbrusovaní za sucha, ktoré sa rovnako veľmi často využíva, dochádza často k spáleniu reznej plochy. Pri rozbrusovaní sa používa rotujúci tenký brúsny kotúč, pričom chladiaca kvapalina zaplavuje kotúč tak, aby nedošlo k tepelnému ovplyvneniu povrchu. Chladiace médium súčasne odstraňuje zvyšky z reznej plochy. Výber brúsneho kotúča sa riadi druhom materiálu, z ktorého sa vzorky budú odoberať, a zohľadňuje sa jeho tvrdosť a húževnatosť.

Brúsny kotúč, ktorý sa skladá z brusiva a spojiva, je rezací nástroj, ktorého rezacia rýchlosť závisí od priemeru kotúča, pričom platí, že pri vyššej tvrdosti spojiva sa používajú vyššie rýchlosti. Otupené zrná brusiva musia pri rozbrusovaní rýchlo vypadávať a spojivo sa musí rýchlo opotrebiť, aby mohli pôsobiť nové zrná z vnútra kotúča.

Brúsne zrná sú náhodne orientované častice, takže sú v kontakte s pripravovaným povrchom pod rôznym uhlom, z ktorých sú efektívne iba výhodne orientované častice. Nesprávne orientované častice môžu spôsobovať vznik rýh na povrchu. Brúsne zrná sú vo vhodnom pomere a veľkosti dispergované v spojive. Ako brusivo sa používajú oxid hlinitý Al_2O_3 , karbid kremíka SiC , diamant a kubický nitrid bóru CBN. Al_2O_3 je najmäkšie brusivo a je aj najčastejšie používané, predovšetkým na zliatiny železa od stredne až po vysoko pevné ocele. Neodporúča sa používať ho na liatiny. Toto brusivo je vyrobené synteticky v rôznych veľkostiach s rôznou tvrdosťou a drobivosťou. Používa sa na delenie rôznych materiálov ako sú Al, Cr, Ni a Ta. Al_2O_3 v bakelitovej väzbe sa zvyčajne používa na odber vzoriek zo zliatin železa. SiC je rovnako synteticky pripravený materiál s väčšou tvrdosťou a húževnatosťou ako Al_2O_3 , ale pokiaľ je použitý na delenie ocelí, rýchlo sa otupuje a vyhladzuje. Je vhodný pre odber vzoriek z mäkkých materiálov, ako sú neželezné kovy, alebo pre odber vzoriek z grafitických liatin. Pri delení tvrdších druhov materiálov, ktoré nemôžu byť odobraté Al_2O_3 ani SiC , sa používa veľmi tvrdý syntetický CBN. Toto brusivo je veľmi drahé a cenovo

porovnateľné s diamantom, ale výhodné je, že ho je možné použiť pri delení tvrdších materiálov zo zliatin železa, kde nie je vhodné použiť diamant. CBN má vysokú tepelnú stabilitu a pri jeho použití dochádza k otupeniu až po dlhej dobe. Diamant je najtvrdšie brusivo, ktoré sa používa na delenie veľmi tvrdých materiálov, ale nie je vhodné pre rezanie ocelí, nakoľko dochádza ku grafitizácii a difúzii uhlíka do ocelí, čo spôsobuje nadmerné opotrebenie diamantu. Diamant existuje v prírodnej podobe, ale ako brusivo sa využíva v syntetickej forme.

Spojivom, ktoré drží brúsne zrná, môže byť bakelit, guma alebo kov. Spotrebné kotúče sú vyrábané najčastejšie s bakelitovým spojivom, ktorým je zmes fenolovej živice a plastifikačnej prísady. Gumové spojivá sú pripravené z prírodnej alebo syntetickej gummy a sú pevnejšie ako bakelitové a často sa používajú na veľmi tenké kotúče. Kovové spojivá sa používajú pre CBN a diamantové kotúče. Najčastejším kovovým spojivom je spekaný bronz, vyrábaný metódami práškovej metalurgie. Ostatné kovové spojivá sú pevnejšie, vrátane ocele a niklu.

Na odber vzoriek z neželezných kovov sa odporúča SiC v bakelitovej väzbe. Pre delenie keramiky alebo spekaných karbidov sa používajú diamantové zrná v kovovej alebo bakelitovej väzbe. Al_2O_3 a SiC brusivo sa rýchlejšie opotrebováva, ale je lacnejšie. Brúsne kotúče s Al_2O_3 a SiC brusivom sú konštruované tak, že brúsne zrná sú nanesené po celom povrchu kotúča, a označujú sa ako *spotrebné kotúče*. Diamantové/CBN kotúče, ktoré majú extrémne tvrdé brúsne častice v trvanlivých spojivách, sú konštruované tak, že na obvod kovového kotúča sa umiestni len tenká vrstva brusiva. Takéto kotúče sa označujú ako *spotrebné kotúče pre dlhodobé použitie*. Šírka rezu je daná hrúbkou kotúča a hĺbka rezu jeho priemerom.

Rezné vlastnosti spotrebných kotúčov sú dané vlastnosťami spojiva, teda schopnosťou udržiavať alebo uvoľňovať brúsne zrná. Kotúče s tvrdším spojivom sa majú používať pri odbere vzoriek z mäkkých a húževnatých materiálov. Tvrdé kotúče udržiavajú brúsne zrná lepšie ako mäkké kotúče a sú aj ekonomicky výhodnejšie, nakoľko sa pomalšie opotrebojú. Mäkké kotúče sa používajú pre delenie tvrdých a krehkých materiálov, kedy sú rezné zrná dodávané priebežne tak, ako sa opotrebováva spojivo. Vtedy sa brúsne zrno ľahko uvoľňuje zo spojiva. Spotrebné kotúče sú dodávané v mnohých veľkostiach a hrúbkach. Hrubšie kotúče spôsobujú väčšiu deformáciu povrchu vzoriek ako tenké kotúče.

Spotrebné kotúče pre dlhodobé použitie s diamantovým brúsnym zrnom sú k dispozícii alebo s kovovým spojivom alebo s bakelitovým spojivom. V oboch variantoch sa používajú na odber extrémne tvrdých materiálov. Kovové spojivo sa viac využíva v prípade krehkejších materiálov, ako je napríklad keramika. Kotúče s bakelitovým spojivom sa využívajú predovšetkým na spekané materiály.

2.3 Preparácia

Preparácia metalografických vzoriek zvyčajne nasleduje po odbere vzorky a cieľom je uľahčiť a urýchliť ich prípravu, zlepšiť manipuláciu so vzorkami, dodržať ostrosť hrán a zachovať povrchové vrstvy. V prípade poloautomatickej a automatickej prípravy vzoriek je potrebné mať k dispozícii vzorky rovnakých rozmerov.

Preparácia vzoriek je potrebná z mnohých dôvodov:

- vzorka je malá a ťažko sa s ňou manipuluje;
- vzorka má komplikovaný tvar, preparácia je potrebná, aby bola zabezpečená správnosť prípravy povrchu;

- zachovanie hrán a rovinnosti/plochosti vzorky je dôležité pre správne hodnotenie;
- vzorka je krehká alebo má trhliny alebo póry a preparáciou sa stabilizuje povrch; rovnako vzorka by mohla byť z práškoveho materiálu alebo v tvare nevhodnom pre prípravu;
- štandardizovaná veľkosť vzoriek je požadovaná pre poloautomatickú a automatickú prípravu.

Pre preparáciu vzoriek existuje celý rad vhodných preparačných materiálov a techník, ktoré umožňujú splniť celý rad požiadaviek pre rôzne materiály a rôzne tvary vzoriek, určené pre preparáciu (obr. 3).



Obr. 3 Zariadenia a spotrebný materiál pre preparáciu vzoriek za tepla a za studena

Každý materiál a technika preparácie majú svoje výhody aj nevýhody. Špeciálne potreby štúdia a druh materiálu, ktorý má byť preparovaný, určujú výber preparačného materiálu. Pokiaľ je preparácia použitá len na fixovanie vzorky a nie sú kladené žiadne ďalšie požiadavky, tak akýkoľvek materiál bude postačujúci a výber bude ovplyvňovaný iba cenou a rýchlosťou preparácie. Pri obmedzujúcich požiadavkách je potrebné plánovať preparačný materiál a metodiku tak, aby bol tento proces optimalizovaný a boli minimalizované nasledujúce ťažkosti.

2.3.1 Čistenie

Pred samotnou preparáciou je potrebné vzorky dokonale očistiť. Povrch musí byť zbavený mastnoty a iných znečisťujúcich látok, aby bola dosiahnutá čo najlepšia priľnavosť preparačného média ku vzorke. Vzorky sa najčastejšie čistia v ultrazvukovej práčke, pričom doba čistenia sa pohybuje od 2 do 5 minút. Pri veľmi mäkkých materiáloch by mohlo dôjsť k poškodeniu povrchu vznikom kavít, preto by doba čistenia nemala prekročiť 30 s. Ako čistiace médium sa môže do nádržky ultrazvukovej práčky použiť mydlový vodný roztok, ktorý je však potrebné často meniť. Výhodnejšie je vliať do nádržky malé množstvo vody, do ktorej sa vloží kadička s vodou alebo iným čistiacim médiom a vzorkou. Na odmastenie vzoriek sa používa trichlóretylén alebo acetón. V prípade čistenia od prachu alebo špiny postačuje voda, pričom efektívnejšie je použiť zmes 10 % alkoholu vo vode. Použitý čistiaci, resp. odmasťovací prostriedok nesmie spôsobiť vznik korózneho napadnutia čistého kovu (materiálu).

2.3.2 Spôsoby preparácie

Uchytenie vzoriek do svoriek. Použitie svoriek alebo držiakov na uchytenie vzoriek sa používalo predovšetkým v minulosti, keď neboli známe iné možnosti preparácie. V súčasnosti sa využívajú vo väčšej miere pri príprave priečných alebo pozdĺžnych povrchov plechov. Na upnutie vzoriek rôznych rozmerov sa používajú skrutky a svorky rôznej veľkosti, pričom je

veľmi dôležité použiť svorky z vhodného materiálu. Materiál musí mať obdobné zloženie ako analyzovaný materiál, prípadne sa používajú svorky z plastov. V prípade použitia svoriek z ľahko leptateľného materiálu môže dôjsť k tomu, že skúšaný materiál sa nenaleptá, preto je vhodnejšie použitie svoriek z plastov.

Lisovanie za tepla. V prípade lisovania za tepla je vzorka umiestnená požadovanou plochou na dno valcovitej časti lisu, pridá sa živicový prášok a vzorka sa spracováva za tepla a pod vysokým tlakom. Proces lisovania sa uskutočňuje v poloautomatických (obr. 4) alebo automatických lisovacích zariadeniach (obr. 5).



Obr. 4 Poloautomatické zariadenie pre lisovanie za tepla, prístroj firmy MTH

Výhody lisovania sú nasledujúce:

- kvalita a odolnosť proti opotrebeniu je vo všeobecnosti vyššia ako pri zalievaní;
- rýchla metóda preparácie vzorky;
- výber priemeru preparovanej vzorky je od 25 po 50 mm;
- priemer preparovanej vzorky je presný.

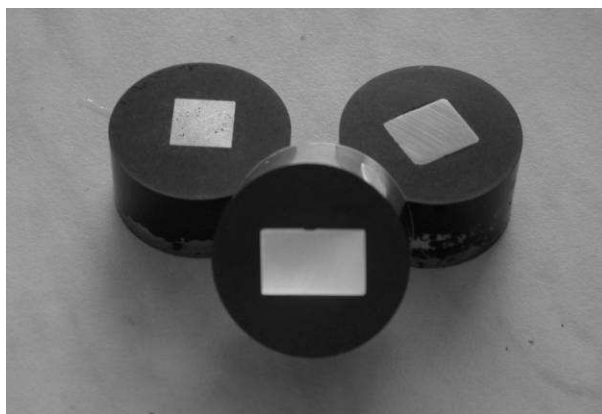
Nevýhody lisovania:

- vysoká cena lisu;
- v prípade krehkých a lámavých vzoriek môže dôjsť k poškodeniu vzorky; tlak vo valcovej časti dosahuje 20 až 30 MPa;
- tepelne citlivé vzorky môžu byť poškodené; teplota pri lisovaní je zvyčajne 120 až 200 °C.
- v prípade preparácie série vzoriek je táto metóda pomalá.



Obr. 5 Automatické zariadenie pre zalisovanie vzoriek za tepla Citopress firmy Struers

V zásade sú na lisovanie používané dva druhy základných materiálov: reaktoplasty a termoplasty. Reaktoplastové média sú spracovávané za tepla a pri vysokom tlaku, ale preparovaná vzorka môže byť vybratá z lisu pri maximálnej lisovacej teplote. Vzorky sa však častejšie vyberajú až po ochladení na okolitú teplotu. Na zalisovanie za daných podmienok sa používajú reaktoplastové živice, napríklad fenolové plasty (bakelit), dialyl ftalát a v poslednom období aj epoxidy. Termoplastické živice rovnako vyžadujú počas preparácie ohrev a tlak, ale musia sa ochladzovať na izbovú teplotu pod tlakom. Sú to napríklad priesvitné polymetylmakryláty (Lucite, Transoptic), polystyrény, polyvinylchlorid (PVC) a polyvinylformal (Formvar). Preparačné média sa používajú v práškovej forme a mali by byť formovateľné aj pri izbovej teplote. Živice v práškovej forme sú potrebné predovšetkým pri zalisovaní veľmi krehkých materiálov. Vzorky, ktoré sa zalisávajú, musia byť takej veľkosti, aby okolo vzorky zostalo dostatočne veľké voľné miesto. Príklad správne zalisovaných vzoriek do bakelitu je na obr. 6. V prípade ostrých rohov sa môžu vytvárať trhliny. Pokiaľ sú vzorky veľmi malé alebo ľahké, fixujú sa pomocou pružinových svoriek. Nedodržanie predpísaného postupu alebo veľkosti vzorky môže spôsobiť celý rad poškodení preparačného materiálu.



Obr. 6 Vzorky zalisované za tepla do bakelitu

Zalievanie za studena. Vzorka určená pre analýzu sa umiestni požadovanou plochou na dno formy. Odmeria sa požadované množstvo živcového prášku a zmieša sa s odmeraným množstvom tekutiny (vytvrdzujúce médium) a naleje sa do formy so vzorkou (obr. 7).



Obr. 7 Silikónové formy a upínače vzoriek

Formy sú vyrobené z flexibilných plastických materiálov alebo silikónu. Doba vytvrdzovania sa pohybuje od niekoľkých minút po niekoľko hodín v závislosti od preparačného média.

Zvyčajne sa zalievanie za studena nerealizuje pri izbovej teplote, ale teploty môžu dosiahnuť od 30 do 150 °C v závislosti od použitého prostriedku. Prostriedky používané pre zalievanie za studena sú zvyčajne dvojzložkové, a to vo forme dvoch tekutín alebo prášku a tekutiny. Vytvorenú zmes je najlepšie použiť bezprostredne po zmiešaní. Tieto živice však spôsobujú alergické reakcie, a preto je potrebné vykonávať práce pri použití vhodných rukavíc a v digestore.

Výhody zalievania za studena:

- nízka zriaďovacia cena;
- krehké a lámavé vzorky nie sú poškodené;
- vzorky s trhlinami a pórmí môžu byť impregnované.

Nevýhody zalievania za studena:

- niektoré živice majú relatívne vysokou zmrašťivosť;
- niektoré živice sú relatívne mäkké s nízkou odolnosťou proti opotrebeniu;
- priemer preparovanej vzorky nie je presný;
- v okolí vzorky sa môžu vytvárať bubliny alebo trhliny;
- nebezpečné výpary a možnosť poškodenia kože pri styku s chemikáliou.

Obdobne ako v prípade lisovania za tepla i pre zalievanie za studena sa používajú reaktoplasty a termoplasty. Najčastejšie sú používané tieto druhy živíc: epoxidy, akryly a polyestery.

Epoxidy. Sú to reaktoplastové živice, ktoré sa dodávajú ako dve tekutiny. Epoxidy majú najmenšiu zmrašťivosť zo skupiny za studena tuhnúcich živíc a majú najlepšie brúsne

a leštiace vlastnosti. Vykazujú vysokú priľnavosť ku vzorke, ale doba tvrdnutia je relatívne dlhá - viac ako 6 až 8 hod. Dobu tuhnutia je možné skrátiť pridaním vytvrdzujúcej látky na 30 až 45 min alebo zvýšením teploty tuhnutia na 2 až 4 hod, ale negatívnym dôsledkom je zvýšenie zmršťivosti. Epoxidy sú transparentné a polymerujú exotermickou reakciou. Po vytvrdnutí je živica duroplastická. Vzhľadom na vysoké adhezívne vlastnosti epoxidov môže nastať problém s vyberaním vzorky z formy, a preto má byť vyrobená z plastického materiálu s nízkou priľnavosťou a určitou flexibilitou. Epoxidy odolávajú pôsobeniu slabších chemikálií a organických činidiel.

Akryláty. Akryláty sú termoplasty dodávané v prášku s tekutinou, ktorá urýchľuje vytvrdzovanie. Sú to ľahko aplikovateľné živice s krátkou dobou tuhnutia a zanedbateľnou zmršťivosťou. Skladajú sa zo samopolymerujúcich zložiek a tvrdnú po pridaní katalyzátora. Veľkosť živicových častíc má rôznu dôležitosť a pohybuje sa v rozmedzí 5 až 50 μm . Malé častice živice zabezpečia vyššiu tekutosť a viskozitu zalievacej zmesi, ktorá lepšie preniká do mikrotrhlín a pórov. Akryláty sa vytvrdzujú pri teplote 90 až 110 °C po dobu 5 až 15 min. Bez pridaného plniva sú priesvitné a vytvrdzujú sa menej ako 5 až 10 min. Pri použití plniva, ktoré môže významne znížiť zmršťenie, sú nepriesvitné. Zrná plniva sa však môžu pri príprave vzorky uvoľňovať a spôsobovať ryhy na pripravovanom povrchu. Akryláty sú termoplastické a majú sklon taviť sa pri brúsení a zanášať tak povrch brúsneho kotúča. Zmršťenie je relatívne vysoké a tento materiál by sa nemal používať, pokiaľ je požadované veľmi dobré zachovanie hrán. Toto a súčasne aj zvýšenie odolnosti voči opotrebeniu zabezpečia akryláty s plnivom. Kombinácia akrylátov so styrénom, ktorá bola pripravená z dvoch tekutých zložiek a práškovej zložky tvorenej takmer iba plnivom, vytvára materiál, ktorý má veľmi nízku zmršťivosť a dobre zachováva hrany.

Polyestery. Sú to reaktoplastové živice dodávané ako dve tekutiny: nenasýtené polyesterové živice a styrén pôsobiaci ako urýchľovač s peroxidom ako spúšťačom. Množstvo pridávaného urýchľovača je veľmi malé. Polyestery sú priesvitné a doby tuhnutia sú relatívne krátke. K vytvrdzovaniu dochádza pri teplotách 50 až 110 °C a doba sa pohybuje od 45 min po 6 až 8 hod. Zmršťenie je vysoké a polyestery by mali byť používané iba v prípade, keď nie je požadované zachovanie hrán preparovanej vzorky. Vzhľadom k tomu, že cena je relatívne nízka, sú polyestery často používané pre bežnú preparáciu.

Vákuová impregnácia. Vákuová impregnácia do epoxidových živíc (nízka viskozita, nízky sublimačný tlak) je proces vhodný pre preparáciu vzoriek z materiálov, ktoré sú porézne (spekané materiály, keramika), krehké alebo drobivé. Póry alebo trhliny spojené s povrchom sa vyplnia živicom, ktorá vystuží krehký a spevní pripravovaný materiál. V neimpregnovanom materiáli sa póry pri príprave vzorky zväčšujú, okraje pórov sa zaoblujú a zvyšuje sa drsnosť povrchu. Do otvorených pórov a trhlín vniká leštiace médium alebo leptadlo a dochádza tak ku skresleniu výslednej štruktúry. Vzorka určená pre impregnáciu musí byť najskôr dokonale očistená a vysušená zvyčajne v peci pri teplotách od 66 do 93 °C. Vzorka sa umiestni do formy a vloží sa do vákuovej komory tak, aby sa nachádzala pod trubicou, z ktorej sa vzorka pokryje epoxidom. V komore sa vytvorí vákuum, ktorého stupeň môže byť iba taký vysoký, aby nedošlo k varu epoxidu, ktorý sa pridá po niekoľkých minútach. Vákuum je udržiavané niekoľko minút (v prípade veľmi poréznych vzoriek aj pol hodiny) a následne sa pomaly vpustí vzduch. Vzorka sa vyberie a vytvrdzuje na vzduchu, pričom vytvrdzovanie môže prebiehať aj vo vákuovej komore. Do epoxidu je možné pridávať aj farbivá, najčastejšie fluorescenčné, čo umožní identifikovať vyplnené póry pomocou fluorescenčného svetla. Firma Struers dodáva pre vákuovú preparáciu prístroj CitoVac, ktorý umožňuje správnu a rýchlu preparáciu vzoriek, ktoré musia byť preparované vo vákuu.

Špeciálne preparačné metódy. Okrem vyššie popísaných metód preparácie vzoriek sa používajú aj špeciálne preparačné metódy, ktoré sa používajú iba v prípade, že žiadna z predchádzajúcich metód nesplní potrebné podmienky pre ďalšie postupy prípravy vzoriek. Sú potrebné, pokiaľ sa analyzujú veľmi tenké povrchové vrstvy, prášky, drôty, tenké plechy, atď. Pri štúdiu tenkých povrchových vrstiev sa používa *technika šikmých rezov*, ktorou sa zväčší analyzovaná vrstva. Vzorka sa umiestni pod určitým uhlom, ktorý je známy a z ktorého veľkosti sa určí hrúbka vrstvy, ku skúšanej ploche. Pri štúdiu vrstiev je rovnako potrebné zachovať ostré hrany. Tie je bežne možné dodržať pri aplikácii automatických metód pri príprave vzoriek. V niektorých prípadoch sa povrch vzorky *pokovuje*. Pokovovanie sa uskutočňuje elektrolyticky, kedy vzorka je použitá ako katóda a je umiestnená v kúpeli obsahujúcom Cu, Ni alebo železité soli. Lepšie výsledky sú dosahované pri bezprúdovom pokovovaní, kedy sa najčastejšie pokovuje niklom. Na dodržanie hrán je možné aplikovať do preparačného prostriedku spevňujúce plnivo, najčastejšie je používaný hliník. Pri preparácii veľmi malých častíc, fólií a drôtov je výhodné preparovať ich niekoľko do jednej formy. Odporúča sa jednotlivé časti fixovať ku dnu formy rýchlo tvrdnúcim akrylátom. Na stabilizáciu vzoriek sa používajú svorky. Pokiaľ má byť analyzovaný prášok, tak najčastejšie sa zvolí možnosť zmiešania prášku s epoxidovou živicom. V prípade nízkej hmotnosti prášku (prášok v živici pláva) nie je vhodné túto metódu použiť. Často dochádza k nerovnomernému premiešaniu prášku, takže je vhodné použiť plastovú trubičku, ktorá je umiestnená vo vákuovom impregnačnom zariadení pod vákuom a do ktorej sa nasledovne pridá epoxid. Po vytvrdnutí epoxidu sa odstráni plastová trubička a predlisok sa preparuje za tepla alebo za studena. Ak má byť vzorka elektrolyticky leštená alebo pozorovaná v REM, je potrebné ju preparovať do vodivého prostriedku. Najjednoduchšie je preparovať vzorku do vodivej živice, pričom sa musí zabezpečiť, aby sa vodivá živica nachádzala iba na povrchu a v okolí povrchu vzorky dotýkajúceho sa elektrolytu musí byť použitá nevodivá živica. Inou možnosťou je spolu so vzorkou preparovať kovovú časť dotýkajúcu sa vzorky.

Pri preparácii je potrebné súčasne zabezpečiť viditeľné označenie vzoriek. Označovanie nesmie v žiadnom prípade ovplyvniť sledovanú štruktúru. Vzorky musia byť označené tak, aby nedošlo k jeho poškodeniu v procese prípravy vzoriek. Najčastejšie sa označujú vzorky z opačnej strany, vzhľadom k pripravovanej ploche vzorky. Pri zalisovaní sa na zadnú stranu vloží označenie a na povrch sa prisype priesvitný preparačný materiál. Pri zalievaní za studena a pri použití priesvitného preparačného prostriedku sa vkladá označenie po obode formy. Veľmi často sa používa aj označenie rytím.

Výrobcovia, ktorí dodávajú spotrebný materiál používaný pri preparácii metalografických vzoriek, vo svojich prospektoch uvádzajú aj príklady chýb, ktoré môžu vzniknúť pri preparácii a príčiny ich vzniku.

2.4 Brúsenie

Účelom brúsenia je dosiahnuť minimálnu povrchovú nerovnosť a minimálnu deformačnú vrstvu pripravovanej vzorky. Brúsením je potrebné odstrániť deformovanú vrstvu po odbere vzorky z analyzovaného materiálu. Brúsenie sa uskutočňuje na brúskach ručne, poloaufomaticky alebo na automatoch (obr. 8).

Pri brúsení je materiál odoberaný pomocou brusiva, čo sú zrná veľmi tvrdých látok, rozptýlené v tuhom, polotekutom alebo tekutom prostredí. Brúsne zrná plnia funkciu obrábacieho nástroja. Pokiaľ je povrch po odbere značne deformovaný, je vhodnejšie následne oddeliť vzorku z neovplyvnenej časti menej invazívnou metódou. Rovnako spálenú povrchovú vrstvu je veľmi zložitý odstrániť brúsením.



Obr. 8 Zariadenia a pomôcky pre brúsenie metaografických vzoriek

Pri samotnom brúsení dochádza k deformácii povrchu, ktorá musí byť minimalizovaná postupným brúsením so stále jemnejším brusivom. Pri brúsení dochádza k mechanickému odberu materiálu z povrchu, a tým k zmenšovaniu deformovanej vrstvy, takže po brúsení na kotúči najjemnejšej zrnitosti musí hrúbka deformovanej vrstvy odpovedať poslednému kroku brúsenia. Druh nasledujúcej štruktúrnej analýzy určuje požiadavky na pripravovaný povrch.



Obr. 9 Mechanická dvojkotúčová brúska firmy MTH, mechanická leštička firmy Struers a MTH

Brúsenie sa podľa spôsobu prípravy delí na *ručné* a *automatické*, podľa veľkosti brusiva na *hrubé* (rovinné) a *jemné* brúsenie. Pri hrubom brúsení sa iba odstraňuje deformácia vzniknutá pri odoberaní vzorky a účelom je zaistiť dostatočnú rovinnosť vzorky. Táto etapa brúsenia môže byť pri príprave vypustená, pokiaľ je získaný povrch po odbere rovinný a hladký, čo býva povrch získaný pri rozbrusovaní diamantovými kotúčmi. Pri hrubom brúsení sa používajú brusné papiere alebo kotúče so zrnitosťou 50 až 180 (číslo udáva počet brúsnych častíc na jednotku plochy). Pomerne hrubé častice sú pevne uchytené. Aby nedochádzalo k prehriatiu pripravovanej plochy, odporúča sa pri brúsení vzorku ochladzovať vodou.

Druh brusiva sa volí podľa druhu pripravovaného materiálu. Pre prípravu mäkkých materiálov je používaným brusivom karbid kremíka SiC. Materiály zo zliatin železa sa pripravujú pri použití oxidu hlinitého Al₂O₃, pre tvrdšie kovové materiály sa používajú diamantové podložky s kovovým spojivom. Diamantové podložky alebo diamantové brusne

kotúče sa používajú predovšetkým pri brúsení tvrdých materiálov, ako je keramika alebo spekané karbidy. Pri automatickej príprave s novým spotrebným materiálom je možné túto etapu vynechať.

Pri jemnom brúsení sa vytvára povrch s minimálnou deformáciou, ktorá sa následne odstráni pri ďalšej etape prípravy, ktorou je leštenie. Brúsenie prebieha *za sucha* alebo *za mokra*, pričom brúsenie za sucha sa v súčasnosti používa iba v ojedinelých prípadoch. Brúsenie za mokra je výhodnejšie, pretože vyplachovaním povrchu sa obnažujú nové rezné hrany brúsnych zrn a zabraňuje sa zanášaniu povrchu odstraňovanými produktmi. Pri brúsení za mokra sa zvyšuje aj intenzita odberu materiálu.

Ručné brúsenie sa robí na brúsnom papieri, položenom na rovnej podložke. Je potrebné, aby vzorka pri brúsení ležala celou plochou na brúsnom papieri. Pri brúsení sa pohybuje vzorkou po brúsnom papieri danej zrnitosti stále jedným smerom. Vzorku je potrebné pritláčať rovnomerne celou plochou a vhodným tlakom tak, aby nedošlo k ohrevu vzorky, a tým k ovplyvneniu jej štruktúry. Pri prechode z hrubšieho papiera na jemnejší sa vzorka najskôr dokonale očistí, aby nedošlo k prenosu vytrhnutého zrna a následnému poškrabaniu výbrusu. Potom sa brúsi pootočením vzorky v smere kolmom alebo pod rôznym uhlom medzi 45 až 90° k predchádzajúcim ryhám. Takto sa postupuje až po najjemnejší brúsny papier. Vzorka sa brúsi na papieri jednej zrnitosti tak dlho, dokiaľ nezmiznú stopy po predchádzajúcom brúsení. Kvalita povrchu pri prechode z danej zrnitosti na novú sa posudzuje vizuálne. Brúsenie na brúsnom papieri jednej zrnitosti zvyčajne prebieha 1 až 2 min. Pri nedostatočnom pritlačení môže dochádzať k ohrevu vzorky bez odberu, pri veľmi silnom tlaku naopak dochádza k nalepeniu alebo vytrhávaniu nekovových častíc z povrchu vzorky. Problematické je zabezpečiť dostatočnú ostrosť hrán vzorky. Nevýhodou brúsnych papierov je pomerne rýchla strata ich kvality, musia sa často vymieňať, čím sa vytvára veľký objem odpadu. Pri poloautomatickom brúsení držíme vzorku v ruke a pritláčame na brúsny papier na rotujúcom vodorovnom kotúči (obr. 9). Pri automatickom brúsení sa vzorka, ktorá je upnutá v držiaku, otáča v protismere k otáčaniu kotúča. Pri príprave sa na danom prístroji predvolí podľa pripravovaného materiálu vhodný tlak, čas prípravy a počet otáčok. Nastaví sa rovnako dávkovanie vhodného média potrebného pre prípravu danej vzorky.

Pre zjednodušenie automatickej prípravy sú brúsne papiere v súčasnosti nahradzované špeciálnymi kotúčmi, ktoré súčasne zabezpečujú vysokú rýchlosť odberu a zachovanie dokonalej rovinnosti povrchu (obr.10). Firma Struers vyvinula špeciálne jemné brúsne podložky, ktorými sú MD-Piano, MD-Primo, MD-Allegro, MD-Largo. MD-Piano a MD-Primo majú špeciálny povrch, na ktorom sú nanesené častice brusiva priamo na brúsnom kotúči. Pri používaní MD-Allegro a MD-Largo sa brúsne častice pridávajú v procese brúsenia. Pri takomto spôsobe prípravy dochádza len k malej deformácii vzorky pri intenzívnom odberu materiálu. Nevýhodou kotúčov MD-Piano a MD-Primo je, že strácajú svoju rovinnosť a je potrebné ich zarovnávať brúsnym kameňom. Podložky MD-Allegro a MD-Largo spájajú výhody kotúčov MD-Primo a MD-Piano, ktorými je vysoká rýchlosť odberu materiálu a dokonalá rovinnosť, s výhodami tvrdých plátien, ktoré nevyžadujú údržbu. MD-Allegro a MD-Largo sú tvrdé kompozitné kotúče (pevné kotúče) s povrchom zo špeciálneho kompozitného materiálu, ktorý umožňuje, aby rovnomerne dodávané diamantové zrná prenikali do povrchu, takže dochádza k jemnému brúseniu. Všetky uvedené kotúče a najmä MD-Allegro a MD-Largo spájajú všetky kroky jemného brúsenia do jedinej operácie.



Obr. 10 Vymeniteľné kotúče pre prípravu na automate TegraSystem

Ako vhodné brusivo sú používané SiC, Al_2O_3 , diamant, kubický nitrid bóru CBN a karbid bóru B_4C . Brusné zrná sú spojené s podložkami rôzneho druhu papierovými, látkovými alebo kovovými. Ako spojivo sú používané lepidlo, živica alebo živica s lepidlom, ktoré sú spojené s vode neodolným papierom (vhodné iba pre suché operácie) alebo s vode odolným papierom (vhodný na suché aj mokré operácie).

Najčastejšie je používaný SiC, ktorý je dostatočne tvrdý (2 700 HV), má prijateľnú cenu a výborné rezné charakteristiky. Brusné papiere používané pri jemnom brúsení majú zrnitosť vyjadrenú číslom a zvyčajne sa brúsi s papiermi zrnitosti od 240 po 600, pričom sú k dispozícii aj jemnejšie brusne papiere so zrnitosťou až 3000.

Na prípravu mäkkých materiálov je vhodnejšie ako brusivo použiť Al_2O_3 , ktorý je mäkkší (2 500 HV) ako SiC.

Šmirgľový papier, ktorý bol veľmi využívaný v minulosti, je zmes oxidu hliníka a železa spojeného lepidlom s vode neodolnou papierovou podložkou, je nahradzovaný SiC. V súčasnosti sú najčastejšie pri brúsení používané diamantové (8 000 HV) zrná, pričom sa používa prevažne synteticky vyrobený diamant, ktorý môže byť pripravený ako polykryštalický alebo monokryštalický. Polykryštalický diamant je pri príprave vzorky efektívnejší, nakoľko sa pri použití zrná porušujú, a tým sa vytvárajú nové rezné hrany. Monokryštály diamantu sú pevnejšie, ťažko sa lámu, takže nové rezné hrany sa odкрývajú v menšej miere. Diamantové brusne kotúče sa používajú na prípravu tvrdých materiálov. Najlepšie rezné vlastnosti dosahujú brusne kotúče pri použití kombinácií zrn diamantu a CBN. Kubický nitrid bóru (4 500 HV) je pripravovaný rovnako ako diamant a výhoda jeho použitia je daná väčšou chemickou stabilitou. Kryštály CBN sú pomerne hladké, preto je komplikované ich spájať, najčastejšie sú spájané s kovovými podložkami niklovým spojivom. Brusné disky so zrnami z CBN v spojení s kovovou alebo bakelitovou podložkou sú vhodné na prípravu veľmi tvrdých železných materiálov.

Karbid bóru (2 800 HV) vyvinutý na brúsenie má len obmedzené použitie. Používa sa viacej vo forme suspenzie na lapovanie, ktoré je metodikou prípravy povrchu pri použití kotúčov

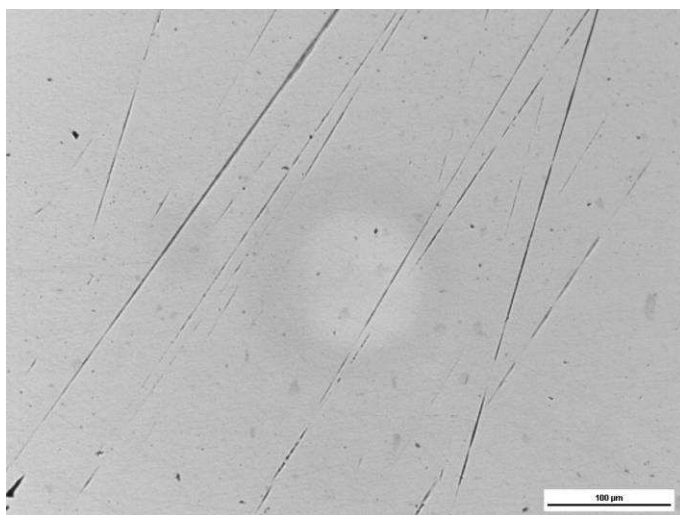
impregnovaných voľnými brúsnymi zrnami. Pri lapovaní vznikajú jemnejšie ryhy ako pri použití brúsneho kotúča s rovnakým typom a veľkosťou brusiva. Pripravený výsledný povrch však nie je lesklý, ale matný. Lapovanie je vhodné pri príprave povrchu pre identifikáciu inklúzií alebo grafitu.

V prípade mokrého brúsenia je potrebné brúsne kotúče zmáčať tekutinami (lubrikantami). Vhodnými mazivami sú voda bez prísad, mazivá na báze vody, alkoholu, vody s olejom, oleja. Výrobcovia daných prostriedkov uvádzajú, v ktorom prípade brúsenia sú dané lubrikanty vhodné, pričom najčastejšie používaná je voda.

2.5 Leštenie

Podľa spôsobu leštenia sa leštenie delí na mechanické, chemické mechanické leštenie, elektrolytické a chemické leštenie. Podľa druhu brusiva sa leštenie delí na diamantové a oxidické.

Analogicky ako pri brúsení, tak aj pri leštení musí byť odstránená deformovaná vrstva, vytvorená predchádzajúcimi etapami prípravy vzoriek. Cieľom je získať rovný povrch bez prítomnosti rýh. Tento cieľ sa dosahuje pomocou aplikácie postupne jemnejších brúsnych zrn. V prípade nesprávneho brúsenia sa ryhy po jemnom leštení zviditeľnia (obr. 11).



Obr. 11 Ryhy po brúsení na vyleštenom povrchu výbrusu

Leštenie je rozdelené na *hrubé leštenie*, kedy sú používané hrubšie brúsne častice s veľkosťou v rozsahu od 30 (častejšie je používaná veľkosť od 9 μm) do 3 μm , a na *jemné leštenie* (niekedy označované aj ako konečné), kedy sú používané brúsne častice veľkosti 1 μm a menšie. Poloautomatická leštička Laboforce-3 je na obr. 12.

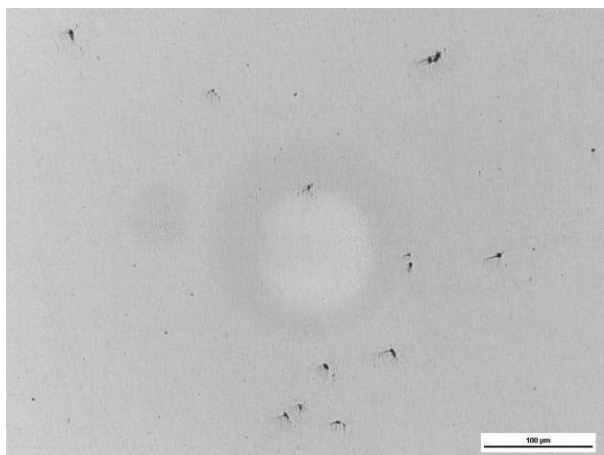
Hrubé leštenie je etapa, ktorá nasleduje bezprostredne po jemnom brúsení. Aj keď aj v tejto etape dochádza k odberu materiálu a procesy, ktoré prebiehajú, sú analogické ako pri jemnom brúsení, tak hrúbka odoberaného materiálu a deformácia povrchu sú minimálne. Pri hrubom leštení sú používané tvrdé, bezvlasé tkaniny. Hrubé leštenie je veľmi dôležité, pretože v jeho procese dochádza k odstráneniu deformovanej vrstvy po jemnom brúsení. V prípade, že pri jemnom brúsení boli použité brúsne papiere s veľmi jemnou zrnitosťou (napr. 3000, 5000), je možné etapu hrubého brúsenia eliminovať.



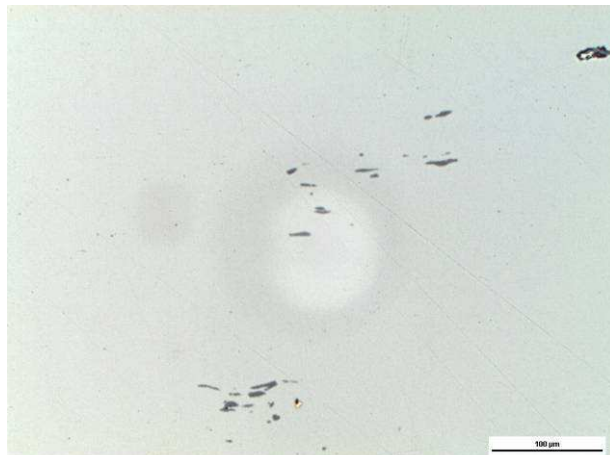
Obr. 12 Poloautomatická leštička LaboForce-3 firmy Struers

Minimálna deformovaná vrstva je následne odstránená pri *jemnom leštení*, ktoré spočíva v troch krokoch leštenia na tvrdých, stredne tvrdých a mäkkých tkaninách s diamantovými zrnami veľkosti 3 až 0,25 μm alebo jemnejšími brúsnymi prostriedkami, ako sú kremík a hliník s veľkosťou brusných zŕn 0,1 až 0,05 μm v závislosti od druhu lešteného materiálu. Pri použití brusných zŕn menších ako 3 μm sa mení mechanizmus úpravy povrchu z odberu triesky k odlamovaniu malých plochých rovnoosých častíc. V procese leštenia pri prechode z jednej zrnitosti na druhú je potrebné vždy dokonale očistiť pripravovaný povrch pod tečúcou vodou pretieraním vatou a následne očistiť alkoholom, a to aj v prípade, že je použité automatické leštenie. Rovnaká pozornosť musí byť zameraná na dokonalé čistenie kotúčov s leštiacimi tkaninami. Pri príprave poréznych materiálov, alebo pokiaľ nie je dokonale priľnutý preparačný materiál ku vzorke, je potrebné ultrazvukové čistenie.

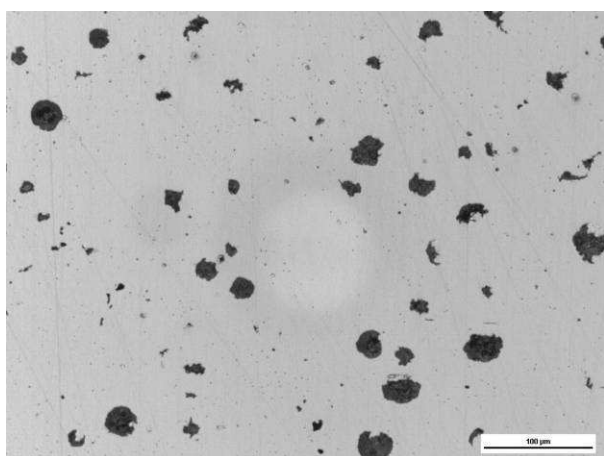
Vzorku pri ručnom leštení pritláčame ľahko na leštiaci kotúč a vykonávame ňou krúživý pohyb proti smeru otáčania kotúča. Tým sa smer leštenia neustále mení a nedochádza k pretiahnutiu mäkkých štruktúrnych súčastí (grafit, inklúzie - obr. 13) na povrchu výbrusu v jednom smere. Leštenie nemá trvať veľmi dlho, lebo sa zväčšuje Beilbyho vrstva, vytrhávajú sa mäkké štruktúrne zložky a vzniká reliéf. Pri automatickom leštení sa nastaví potrebné parametre tak, aby vznikla iba tenká Beilbyho vrstva, ktorú odstránime leptaním. Pre automatické brúsenie a leštenie je veľmi výhodná automatická príprava vzoriek na automate TEGRA systém (obr. 14).



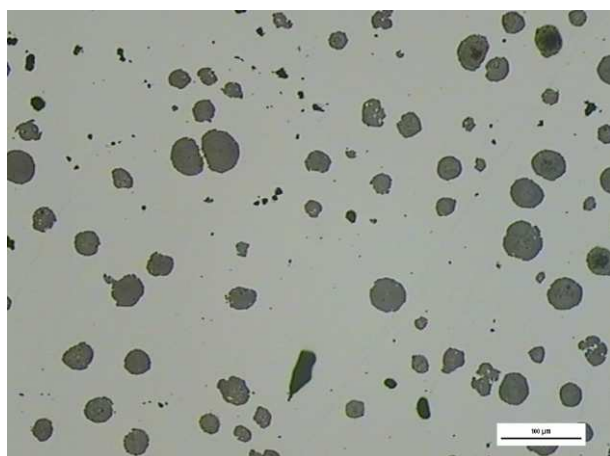
a) inklúzie v oceli pretiahnuté v smere leštenia



b) inklúzie v oceli správne pripravené



c) grafit v liatine nesprávne pripravený



d) správne pripravený grafit

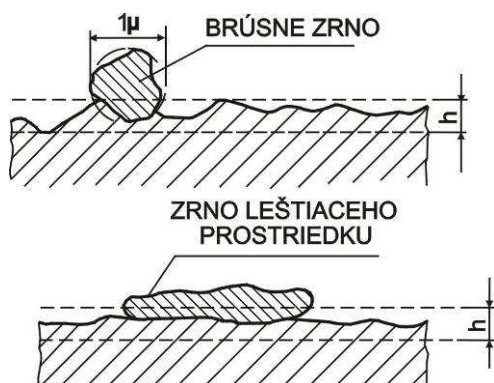
Obr. 13 Vplyv leštenia na kvalitu povrchu, neleptané



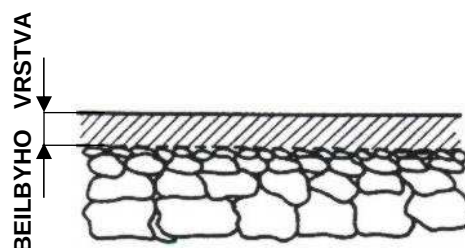
Obr. 14 Automat na prípravu metalografických vzoriek TegraSystem firmy Struers

Pri automatickej príprave vzoriek sa používajú na hrubé leštenie plátna DP/MD-Mol, DP/MD-Plan, DP/MD-Pan, DP/MD-Dur, DP/MD-Dac, na jemné leštenie plátno DP/MD-Nap a na oxidické leštenie sa používa plátno DP/MD-Chem.

Metalografovia vo všeobecnosti dávajú prednosť ručnému dolešteniu vzorky, aj keď automatické leštenie prináša vynikajúce výsledky. Hrubé leštenie sa uskutočňuje pri 150 až 600 ot./min pri použití 6 μm diamantovej pasty, alebo v dvoch krokoch s 9 μm a 3 μm diamantovou pastou. Pri jemnom brúsení sa používa 1 μm diamantová pasta a potom nasleduje použitie 0,3 a 0,05 μm hliníkovej suspenzie. V niektorých prípadoch je možné použiť aj 0,25 μm diamantovú pastu. Pre bežnú metalografickú kontrolu zvyčajne postačuje použitie 1 μm diamantovej pasty, najčastejšie pri tvrdých oceliach.



Obr. 15 Prechod od brúsenia veľmi jemným brúsnym prostriedkom k mechanickému lešteniu



Obr. 16 Deformovaná, tzv. Beilbyho vrstva

Prechod od brúsenia veľmi jemným brúsnym prostriedkom k mechanickému lešteniu je viditeľný zo schémy na obr. 15, kde h predstavuje veľkosť povrchového reliéfu. V tenkej povrchovej vrstve dochádza pri mechanickom leštení k intenzívnej plastickej deformácii. Táto deformovaná vrstva je označovaná ako Beilbyho vrstva (obr. 16) a jej hĺbka sa rovná jednej desatine až jednej šestine stredného rozmeru častíc brúsneho prostriedku, ktorý bol použitý ako posledný pri jemnom brúsení.

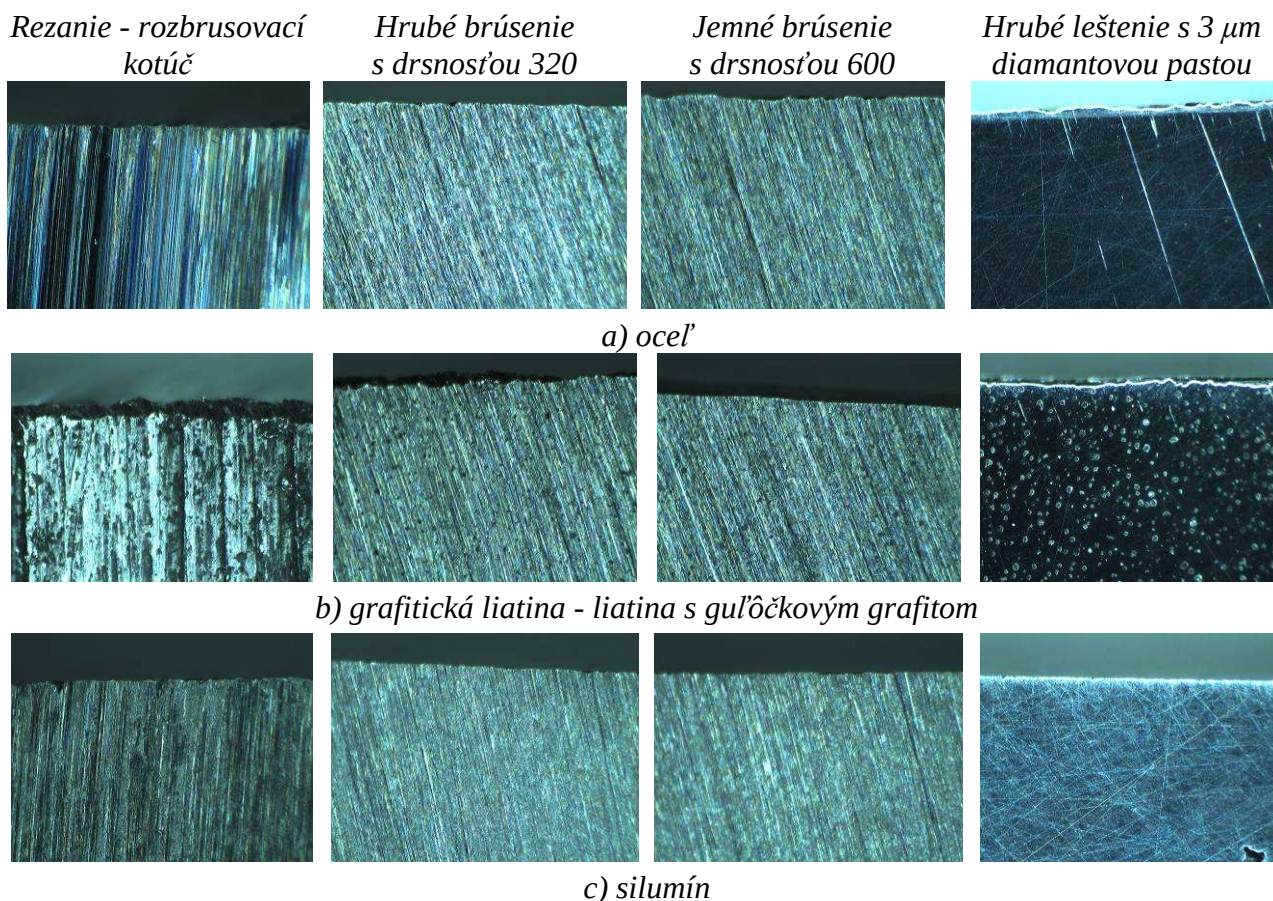
2.5.1 Leštiace brusivo

Mechanické leštenie. Ak klesne veľkosť častíc abraziva pod 10 μm , mení sa jeho brúsna funkcia v leštiacu, spočívajúcu v zahladzovaní povrchových mikronerovností. Mechanické leštenie sa robí na leštiacich kotúčoch, potiahnutých tkaninou (kordom, zamatom, hodvábom, flanelom, saténom a pod.). Na kotúč je nanosená leštiaca suspenzia alebo diamantová pasta, prípadne diamantový aerosólový sprej. Najčastejšie sa používajú diamantové pasty s rôznou zrnitosťou, ktoré sú dodávané v injekčných striekačkách. Malé množstvo diamantovej pasty sa naniesie na kotúč potiahnutý tkaninou a namáča sa etylalkoholom alebo komerčne vyrábaným zmáčadlom na báze alkoholu.

2.5.2 Leštiace látky

Leštiace látky musia byť schopné niesť leštiace brusivo proti smeru pohybu vzorky a súčasne nesmú obsahovať žiadne iné materiály, ktoré by spôsobili vznik nových rýh alebo by

reagovali s povrchom vzorky. Pri hrubom leštení sa prednostne používajú látky s nízkym vlasom (napr. nylon, hodváb, syntetické chemotextílie atd.), aby bol zabezpečený maximálny brúsny efekt, vysoká brúsna rýchlosť a nízky reliéf. Pri jemnom leštení sú používané látky s nízkym, stredným aj vysokým vlasom. Pri použití nízkeho vlasu sa môže vytvárať malý tolerovateľný reliéf, pri strednom sa lepšie zabraňuje tvorbe rýh a látky s vysokým vlasom sa používajú na konečné leštenie mäkkých materiálov, kedy mäkkosť látky zabezpečí povrch bez deformácií a rýh. Leštiace látky sú fixované lepiacou stranou na leštiaci kotúč, čo umožňuje jednoduchú a rýchlu výmenu. Výrobcovia leštiacich látok dodávajú celú škálu leštiacich látok s odporúčaním, na aký materiál je daná látka vhodná. Výhodou leštiacich látok je dlhá životnosť a nízka cena.



Obr. 17 Profily vzoriek po jednotlivých etapách prípravy, stereomikroskop, neleptané, zv. 20 x

Z jednotlivých snímok - profilu po rezaní, brúsení a leštení ocele, grafitickej liatiny a silumínu (obr. 17) je možné vidieť, ako sa postupne znižuje drsnosť povrchu po daných etapách prípravy vzoriek. Vzorky boli delené rozbrusovaním pri použití rovnakého diamantového rozbrusovacieho kotúča s hrúbkou 1,0 mm a s chladením. Potom nasledovala etapa brúsenia za mokra na brúsnych kotúčoch so zrnitosťou 320 a 600, pričom pri príprave silumínu bolo potrebné pred leštením zaradiť aj brúsenie na veľmi jemnom brúsnom papieri so zrnitosťou 1200. Leštenie s 3 μ m diamantovou pastou nasledovalo po jemnom brúsení. Súčasne je možné porovnať, ako sa líši drsnosť povrchu pripraveného pri rovnakých podmienkach prípravy povrchu jednotlivých materiálov.

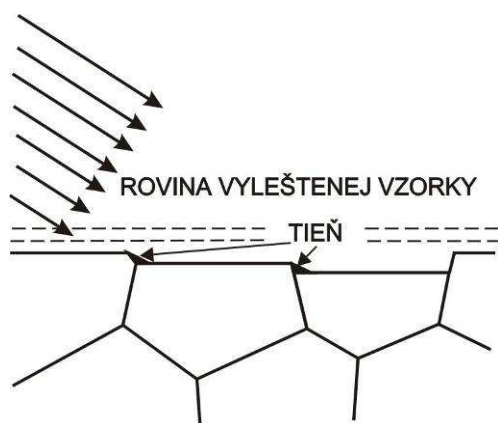
2.5.3 Elektromechanické leštenie

Elektromechanické leštenie je kombinácia elektrolytického leptania a mechanického leštenia s cieľom pripraviť leštením povrch vysokej kvality.

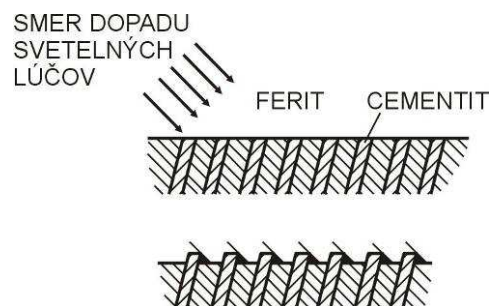
2.6 Leptanie

Kryštalická štruktúra kovového materiálu je po leštení zakrytá tenkou tvárnenou Beilbyho vrstvou. Aby sme mohli štruktúru pozorovať, je potrebné túto vrstvu odstrániť, čo docielujeme chemickou cestou, a to leptaním vzorky v kyselinách a zásadách, ich alkoholických roztokoch alebo elektrolyticky. Leptanie môže prebiehať tak, že leptadlo pôsobí buď na plochu zŕn, na hranice zŕn alebo len na určité štruktúrne zložky alebo fázy. Podľa toho rozlišujeme: plošné leptanie, leptanie na hranice zŕn a selektívne leptanie.

Leptaním vytvárame na pôvodne rovnom povrchu výbrusu reliéf. Hranice zŕn predstavujú oblasti s výrazným porušením pravidelnosti kryštalickej stavby a s vyššou koncentráciou atómov prímiesí a nečistôt. Toto je príčinou menšej odolnosti hraníc zŕn voči niektorým druhom leptadiel. Hranice zŕn sa vyvolávajú i použitím leptadiel, ktoré odlišne reagujú so zrnami rôzne orientovanými vzhľadom k rovine výbrusu. Vznikne tak reliéf (obr.18), ktorého stupne vrhajú pri šikmom osvetlení tieň, ktorý sleduje tvar hraníc zŕn. Reliéf vzniká tiež v prípade, keď sa niektorá štruktúrna súčasť rozpúšťa v leptadle ľahšie (ferit) než jej okolie (obr. 19).

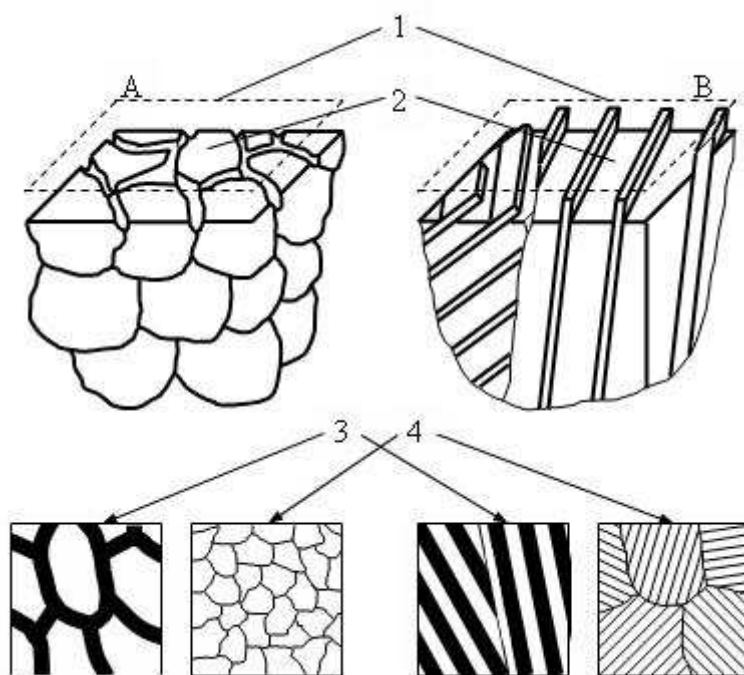


Obr. 18 Vytvorenie mikroreliéfu plošným leptaním jednofázovej štruktúry a vytvorenie tieňa po osvetlení



Obr. 19 Schéma vyvolania a vytvorenia tieňa perlitickej štruktúry

Vzorku najčastejšie leptáme ponorením do leptadla, pričom sa vzorkou pohybuje, aby sa leptadlo premiešalo a leptanie bolo rovnomerné. Tiež je možné leptať vatou, ktorú držíme v pinzete, namočíme do leptadla a potierame ňou pripravenú vzorku. Stupeň naleptania kontrolujeme zhruba podľa zmatnenia povrchu, podrobne svetelným mikroskopom. Po každom vybratí vzorky z leptadla vzorku dôkladne opláchneme destilovanou vodou a alkoholom a osušime horúcim vzduchom. Pri leptaní je potrebné chrániť kožu pred účinkom leptadla.



Obr. 20. Schéma leptania:
 1 - neleptaný povrch, 2 - reliéf po naleptaní, 3 - tieň na reliéfe, 4 - charakter mikroštruktúry: A - polyedrická štruktúra, B - lamelárna štruktúra

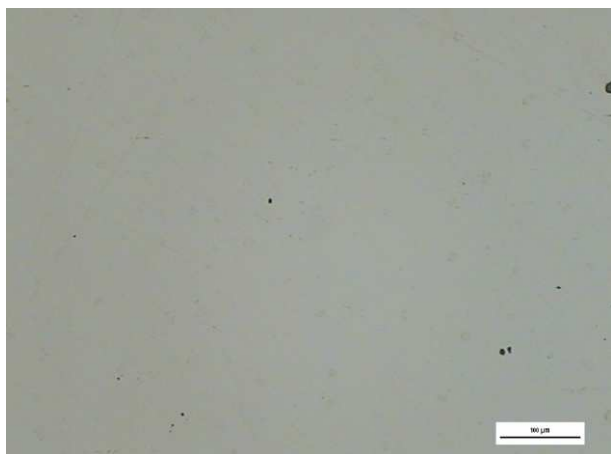
Na obr. 20 sú modely naleptaných plôch výbrusov *polyedrickej* štruktúry (môžu to byť kryštály ľubovoľnej homogénnej fázy ako čisté kovy, tuhé roztoky a intermediárne fázy) a *lamelárnej* štruktúry (typickej pre eutektoidné zmesi). Vzniknutý povrchový reliéf je podstatou zviditeľnenia štruktúry. V polyedrickej štruktúre sa na vyleptaných hraniciach zŕn rozptyľujú svetelné lúče. Prečnievajúce lamely (pomalšie sa rozpúšťajúcej fázy) v štruktúre vrhajú tieň. Rozdielna schopnosť jednotlivých zložiek štruktúry odrážať svetlo je princípom svetelnej metalografickej mikroskopie.

Na pozorovanie používame:

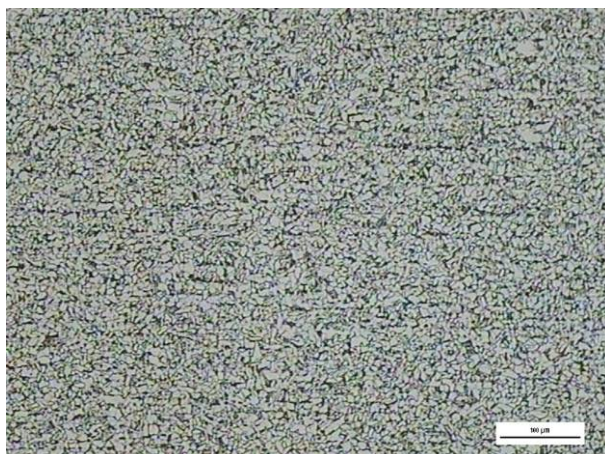
- *neleptané výbrusy* (iba brúsené a leštené), pri ktorých sú všetky kovové štruktúrne zložky lesklé (pod mikroskopom biele, bez hraníc zŕn) a môžeme na nich pozorovať a hodnotiť nekovové zložky štruktúry, napr. inklúzie, grafit, kremík (obr. 21a, c, e);
- *leptané výbrusy*, kde rozoznávame a hodnotíme druh, tvar, veľkosť, množstvo a rozloženie jednotlivých štruktúrnych zložiek (obr. 21b, d, f).

Leptadlá a spôsoby leptania jednotlivých kovov a zliatin podrobnejšie popisuje rad praktických príručiek. Vybrané príklady najčastejšie používaných leptadiel sú uvedené v tab. 1 a 2.

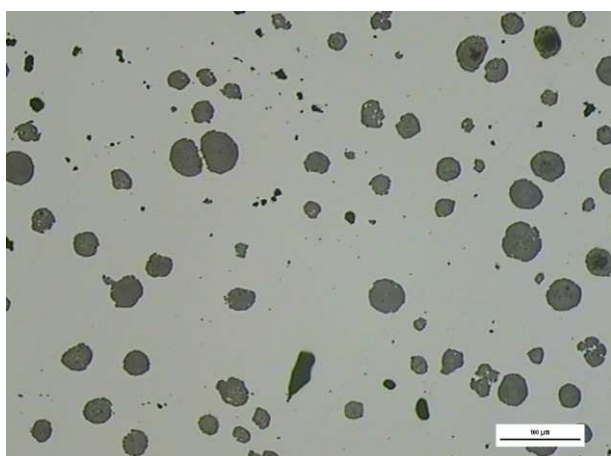
Priestor pre bežné leptanie je dokumentovaný na obr. 22. Digestor pre leptanie za tepla je na obr. 23.



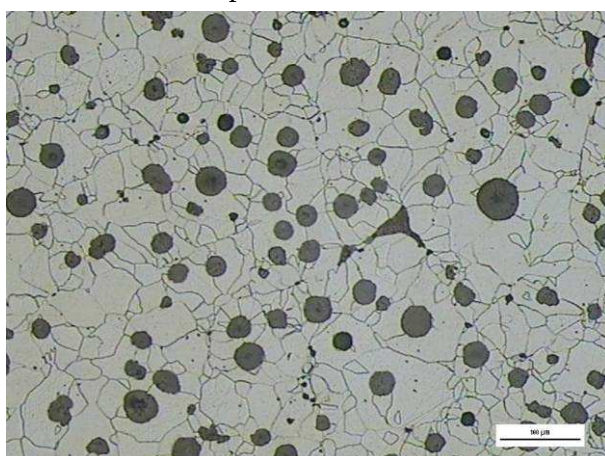
a) neleptané - inklúzie



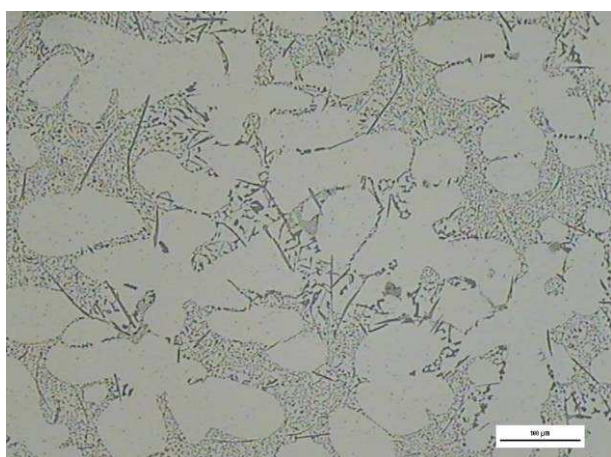
b) feriticko-perlitická podeutektoidná oceľ,
lept. 3 % Nital



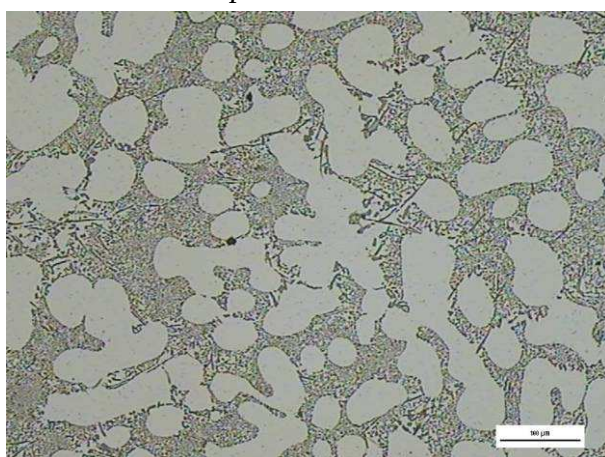
c) neleptané - guľôčkový grafit



d) feritická liatina s guľôčkovým grafitom,
lept. 3 % Nital



e) neleptané - fáza β , častice kremíka



f) silumín - svetlý tuhý roztok α a tmavé
častice fázy β (takmer 100 % Si),
lept. 0,5 % HF

Obr. 21 Snímky štruktúr v neleptanom stave a po leptaní

Tab. 1

Leptadlá pre zliatiny železa

Leptadlo	Zloženie	Leptanie	Použitie
Nital	2 ml HNO ₃ 98 ml etylkohol	Niekoľko sekúnd až minútu.	Dosahuje max. kontrast medzi perlitom a feritom, vyvoláva hranice feritu, odlišuje ferit od martenzitu.
Villela-Bain	5 ml HCl 1 g kys. pikrová 100 ml etylalkoholu	Niekoľko sekúnd až minútu.	Na vyvolanie austenitického zrna u kalených a kalených a popúšťaných ocelí.
Pikral	4 g kys. pikrová 100 ml etylalkohol	Niekoľko sekúnd až minútu.	Rozlíšenie jemného perlitu, martenzitu, bainitických štruktúr, odkryva karbidy.
Chlorid železitý	5 g FeCl ₃ 50 ml HCl 100 ml dest. voda	Máčať, pokiaľ sa nevyvolá štruktúra.	Vyvolávanie štruktúry niklových austenitických a nehrdzavejúcich ocelí.
Zmes kyselín a glycerínu	A - 10 ml HNO ₃ 20 ml HCl 30 ml glycerínu	Striedať leštenie a leptanie.	Leptá zliatiny Fe-Cr, rýchlorezné ocele, austenitické ocele, Mn-ocle a austenitické zliatiny.
	B - 10 ml HNO ₃ 20 ml HCl 20 ml glycerínu 10 ml H ₂ O ₂	Používať digestor. Neskladovať.	Vyvolávanie štruktúry Cr-Ni a Cr-Mn ocelí a všetkých austenitických Fe-Cr zliatin.
Chlorid meďnatý	5 g CuCl ₂ 100 ml HCl 100 ml etylalkohol 100 ml dest. voda	Používať chladné.	Pre austenitické a feritické ocele, ferit sa veľmi ľahko naleptáva.
Zmes kyselín	5 ml HNO ₃ 1 ml HF (48 %) 44 ml dest. voda	Používať chladné 5 minút.	Pre vyvolávanie celkovej štruktúry austenitických ocelí.
Portevin	3 diely HCl 1 diel HNO ₃	Zmes pripraviť 24 h pred použitím.	Pre vyvolávanie štruktúry nehrdzavejúcich ocelí.
Villela	1,25 g CuSO ₄ 2,5 g CuCl ₂ 10 g MgCl ₂ 100 ml dest. voda 2 ml HCl doplniť na 1000 ml etylalkoholom	Vzorku ponoriť do leptadla.	Po naleptaní je viditeľná celková hĺbka nitridačnej vrstvy u Cr-V a nitridačných ocelí.

Leptadlá pre vybrané neželezné kovy a ich zliatiny

Leptadlo	Zloženie	Leptanie	Použitie
Keller a Wilcox	0,5 ml HF 1,5 ml HCl 2,5 ml HNO ₃ 95,5 ml dest. voda	Niekoľko sekúnd až minútu.	Vyvolanie mikroštruktúry a rozlíšenie štruktúrnych súčastí Al zliatin.
Dix a Keith	0,5 ml HF 99,5 ml dest. voda	Potierať vatou 15 s.	Zreteľne sa naleptávajú jednotlivé štruktúrne súčasti Al zliatin.
Stein	10 ml H ₃ PO ₄ 90 ml dest. voda	Ponoriť do leptadla na 1 - 5 minút pri 50 °C.	Naleptávanie štruktúry čistého Al, zliatin Al-Mn, Al-Mg-Si (vyvolávanie hraníc zŕn).
Dvojchróman draselný	2 g K ₂ Cr ₂ O ₇ 8 ml H ₂ SO ₄ 4 ml nasýteného roztoku NaCl 100 ml dest. voda	Potierať niekoľko sekúnd až minútu.	Vyvolávanie celkovej štruktúry medi. Mosadz - fáza β sa leptá viac.
Chlorid železitý	5 g FeCl ₃ 10 ml HCl 50 ml glycerín 30 ml dest. voda	Potierať 16 až 60 sekúnd.	Vyvolávanie celkovej štruktúry medi, vyvolávanie štruktúry mosadzí a mosadzí s Pb.
Zmes kyselín	66 ml CH ₃ COOH 38 ml H ₃ PO ₄ 6 ml HNO ₃	Používať chladné cca 20 sekúnd.	Chemické leštenie medi a jej zliatin.
Zmes kyselín	45 ml HNO ₃ 10 ml HF	Potierať 5 až 20 sekúnd.	Chemické leštenie a leptanie celkovej štruktúry Ti a Ti zliatin.
Zmes kyselín	10 ml HNO ₃ 10 ml HF 20 ml glycerín	Potierať 5 až 20 sekúnd.	Vyvolávanie celkovej štruktúry titánových zliatin.
Marble	4 g CuSO ₄ 20 ml HCl 20 ml dest. voda	Vzorku leptať 5 až 10 sekúnd.	Vyvolávanie štruktúry niklu a niklových superzliatin.



Obr. 22 Priestor pre leptanie, oplachovanie a sušenie vzoriek a svetelný metalografický mikroskop Epityp



Obr. 23 Digestor



Obr. 24 Exikátory

Pripravené vzorky sa uchovávajú v exikátoroch (obr. 24), ktoré sú vzduchotesne uzavreté a ako médium pohlcujúce vlhkosť sa používa pórovitá forma SiO_2 . Vzorky uschovávané v exikátoroch nepodliehajú korózii a sú použiteľné dlhší čas.

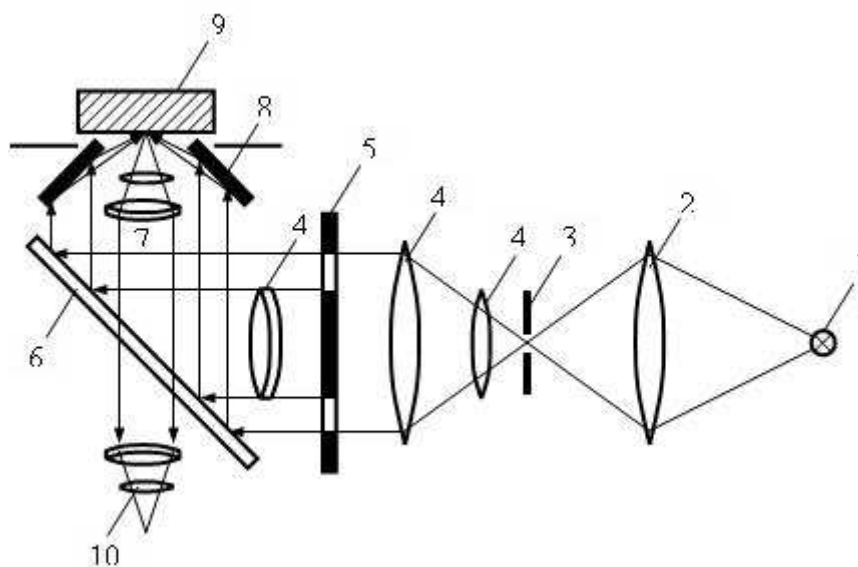
3 Základy svetelnej metalografickej mikroskopie

Svetelná metalografická mikroskopia je základnou metódou štúdia štruktúry kovov. Založená je na pozorovaní odrazeného svetla od rovinných rezov vzoriek kovových materiálov svetelným metalografickým mikroskopom. Táto metóda umožňuje pozorovať a hodnotiť štruktúrne útvary s rozmerom v rovinnom reze rádovo 10^3 až 10^6 nm (zv. 100 až 2000 x).

Svetelná mikroskopia sa bežne používa pri kontrole štruktúrneho stavu kovových materiálov. Skúmanie štruktúry má nielen teoretický, ale i značný praktický význam a je základnou disciplínou náuky o kovoch. Dovoľuje napríklad hodnotiť akosť výroby kovových materiálov i zložité procesy ich spracovania, umožňuje posúdiť vhodnosť materiálu pre daný účel, odhaliť rozsah a príčiny defektov materiálu a podobne.

3.1 Svetelný metalografický mikroskop

Väčšina metalografických mikroskopov je prevráteného (Le Chatelierovho) typu, čo znamená, že majú objektív pod vzorkou, ktorá je uložená na zvisle pohyblivom stole. Toto usporiadanie je výhodné z hľadiska ľahkého dosiahnutia kolmosti pozorovaného povrchu k optickej osi objektívu. Svetelný mikroskop pozostáva z osvetľovacej a zobrazovacej sústavy (obr. 25).



Obr. 25 Schéma svetelného metalografického mikroskopu:

1 - svetelný zdroj, 2 - kondenzor, 3 - apertúrna clona, 4 - šošovky osvetľovacej sústavy,
5 - poľná clona, 6 - planparalelné sklo, 7 - objektív, 8 - zrkadlový kondenzor,
9 - vzorka, 10 - okulár

Svetelný zdroj. Ideálny svetelný zdroj by mal byť bodový, monochromatický, pre interferometrické účely aspoň semikoherentný a vždy dostatočne intenzívny. (Semikoherentný svetelný zdroj emituje nielen koherentné, ale súčasne i určitý podiel nekoherentného svetla. Nekoherentné svetlo je také, ktoré má konštantný fázový rozdiel medzi jednotlivými emitovanými vlnami. Dôležitou vlastnosťou koherentného svetla je, že po rozdelení na dva zväzky je možné vyvolať ich interferenciu.) Používané zdroje - žiarovky,

oblúkové lampy a výbojky - spĺňajú uvedené požiadavky len čiastočne. Laser, ktorý je najvýznamnejším koherentným zdrojom, zatiaľ pre tieto účely použitý nebol.

Filtre. Každý filter zoslabuje intenzitu svetla, ktoré ním prechádza. Ak nie sú pritom prednostne absorbované lúče niektorých vlnových dĺžok, označujeme filter za *neutrálny*. Naproti tomu filtre *farebné* preferujú priestupnosť svetla určitých vlnových dĺžok, a to spravidla tých, ktoré zodpovedajú vlastnej farbe filtra. Popri základnom uvedenom delení bývajú filtre označované v súlade s účelom ich použitia ako: kompenzačné, kontrastné, polarizačné a tepelné.

Objektívy. Podľa princípu zobrazovania delíme objektívy na *šošovkové*, ktoré využívajú lom svetelných lúčov a *reflexné* (zrkadlové), ktoré zobrazujú odrazom.

Šošovkové objektívy. Šošovkové objektívy posudzujeme podľa ich troch základných charakteristík:

- spôsobu korekcie optických chýb (aberácií);
- číselnej apertúry;
- zväčšenia.

Na každom objektíve je popri zväčšení uvedená hodnota číselnej apertúry A (napr. označenie $10 \times 0,25$ znamená, že objektív zväčšuje $10 \times$ a číselná apertúra $A = 0,25$). Dva objektívy rovnako zväčšujúce, ale s rozdielnou hodnotou číselnej apertúry, nemajú rovnaké vlastnosti.

Od spôsobu korekcie aberáciou závisí kvalita obrazu, od číselnej apertúry závisí rozlišovacia schopnosť, maximálne užitočné zväčšenie, hĺbka ostrosti a svetelnosť objektívu, a od zväčšenia objektívu závisí maximálne dosiahnuteľné zväčšenie.

Číselná apertúra objektívu. Otvorový uhol 2α (obr. 26) je vrcholový uhol kužeľovitého svetelného zväzku, odrazeného späť do objektívu, ak je tento zaoštrovaný na povrch vzorky. Čím väčší je otvorový uhol, tým viac lúčov sa podieľa na zobrazení toho istého detailu mikroštruktúry, takže jeho rozlíšenie je dokonalejšie. Množstvo lúčov odrazených od povrchu vzorky späť do objektívu však závisí ešte od indexu lomu n prostredia, vyplňajúceho priestor medzi čelnou šošovkou objektívu a vzorkou. K vystihnútiu vplyvu otvorového uhla i indexu lomu na kvalitu zobrazenia objektívom zaviedol Abbe číselnú apertúru, definovanú ako

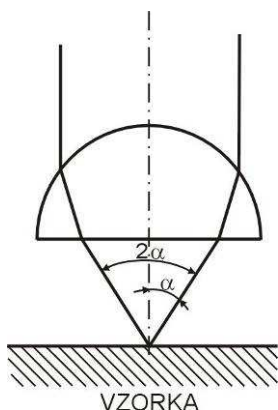
$$A = n \cdot \sin \alpha,$$

kde n je index lomu (vzduch $n = 1$, u cédrového oleja $n = 1,52$), α - polovičný otvorový uhol. Prakticky dosiahnuteľná hodnota číselnej apertúry je u suchých objektívov ($n \approx 1$) rovná 0,96; u objektívov imerzných, t. j. objektívov, kde medzi čelnou šošovkou a vzorkou je kvapalné prostredie ($n > 1$), dosahuje hodnota číselnej apertúry až 1,4.

Od číselnej apertúry závisí svetelnosť objektívu, jeho hĺbka ostrosti a rozlišovacia schopnosť.

Svetelnosť objektívu je pre rovnako zväčšujúce objektívy úmerná druhej mocnine číselnej apertúry. Pretože však jas je priamo úmerný svetelnosti objektívu, ale nepriamo úmerný štvorcu celkového zväčšenia, je potrebné pri výmene objektívov s touto skutočnosťou počítať. Pri prechode z objektívu s väčším zväčšením jas obrazu spravidla klesá, i keď nový objektív má tiež väčšiu číselnú apertúru.

Hĺbka ostrosti objektívu je schopnosť objektívu ostro zobrazit' predmety medzi dvoma rovinami kolmými na os pozorovania. Je nepriamo úmerná hodnote číselnej apertúry. *Hĺbka ostrosti objektívu* je schopnosť mikroskopu zobrazit' predmety medzi dvoma rovinami.



Obr. 26 Otvorový uhol objektívu

Rozlišovacia schopnosť objektívu je najmenšia vzdialenosť dvoch bodov, ktoré sú pri pozorovaní mikroskopom od seba jasne rozlíšiteľné a vypočíta sa zo vzťahu:

$$d = \lambda / A,$$

kde d je rozlišovacia schopnosť objektívu v μm (minimálna vzdialenosť medzi 2 bodmi, ktoré je možné rozlíšiť daným objektívom), λ je vlnová dĺžka svetla, použitého k osvetleniu v μm , A je číselná apertúra použitého objektívu. Rozlišovacia schopnosť sa zlepšuje (t. j. znižuje sa hodnota d) pri použití objektívov s vyššou hodnotou číselnej apertúry, pri použití imerzných objektívov (zvýšená hodnoty indexu lomu n) a pri použití svetelných filtrov, prepúšťajúcich svetlo s kratšou vlnovou dĺžkou (pri bielom svetle je stredná vlnová dĺžka

$\lambda = 600 \text{ nm}$, pri žltozelenej farbe je $\lambda = 565 \text{ nm}$, pri modrej farbe je $\lambda = 455 \text{ až } 475 \text{ nm}$). Čím kratšia je vlnová dĺžka svetla použitého pri osvetlení vzorky, tým menšie čiastočky štruktúry je možné rozlíšiť.

Okuláre. Okulár je sústava šošoviek, tvorená dvoma členmi - kolektívom a očnou šošovkou. Okulárom pozorujeme obraz vytvorený objektívom, môžu ním byť zobrazené len tie detaily mikroštruktúry, ktoré rozlíšil objektív. Postačí ich zväčšenie na $0,3 \text{ mm}$, čo odpovedá rozlišovacej schopnosti ľudského oka na konvenčnú zrkovú vzdialenosť (250 mm). Preto zväčšenie okulára zriedka presahuje hodnotu 20, pričom použitie okulára so zväčšením v okolí tejto hranice je odôvodnené len pri pozorovaní reliéfnych prvkov málo zväčšujúcimi objektívmi.

Vertikálne iluminátory. Popri svetelnom zdroji je vertikálny iluminátor ďalšou podstatnou súčasťou osvetľovacej sústavy mikroskopu. Vertikálny iluminátor obracia tok svetelného zväzku z vodorovného do zvislého smeru tak, aby bol zaostrený na povrch vzorky a tie lúče, ktoré sú odrazené do objektívu boli vedené smerom k okuláru.

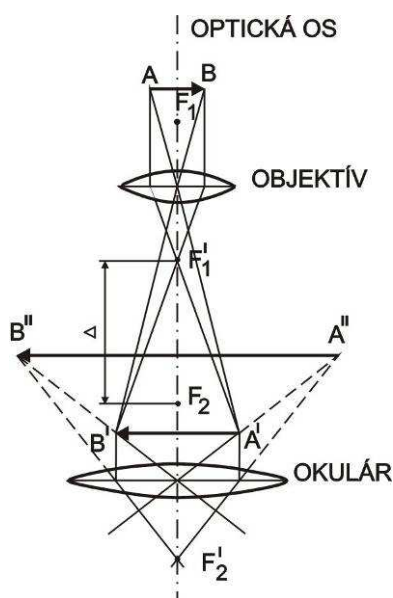
Nastavenie svetelnej sústavy. Osvetľovacia sústava mikroskopu musí byť nastavená tak, aby bol zachovaný Koehlerov osvetľovací princíp. Podľa neho je potrebné vytvoriť ostrý obraz svetelného zdroja v rovine obrazu apertúrnej clony, ležiaceho v blízkosti zadnej šošovky objektívu. Jedine tak je zaistené intenzívne a rovnomerné osvetlenie pozorovaného povrchu vzorky. Podľa tohto princípu musí byť vzdialenosť svetelného zdroja od apertúrnej clony nastavená tak, aby sa na uzavretej apertúrnej clone alebo na priloženom papieri ostro zobrazil obraz svetelného zdroja (vlákna žiarovky).

Clony osvetľovača. Apertúrna clona obmedzuje priemer svetelného zväzku, vystupujúceho z objektívu. Zatváraním apertúrnej clony znižujeme otvorový uhol objektívu i jeho číselnú apertúru. Zmenšovaním číselnej apertúry síce znižujeme rozlišovaciu schopnosť objektívu, ale bránime presvetleniu obrazu (čím zväčšujeme jeho kontrast) a zväčšujeme hĺbku ostrosti. Správne uzatvorenie apertúrnej clony je možné overiť pohľadom do tubusu pre vizuálne pozorovanie, z ktorého sme predtým vybrali okulár. Priemer osvetlenia časti má byť asi $2/3$ priemeru tubusu.

Polná clona je uložená za apertúrnou clonou, tzn. bližšie k objektívu. Zachytáva okrajové lúče svetelného zväzku, ktoré by inak znižovali kvalitu obrazu, ale nezmenšujú jeho jas ani rozlišovaciu schopnosť objektívu. Obraz clony polná sa vytvára v rovine vzorky, takže po

zaostrení sa zobrazuje spolu so štruktúrou. Pred pozorovaním sa polná clona najskôr privrie a vycentruje, a potom sa otvára tak dlho, až práve zmizne zo zorného poľa.

Zväčšenie metalografického obrazu. Objektív vytvára zväčšený prevrátený obraz predmetu, umiestneného pred jeho prednú ohniskovú rovinu. Tento obraz sa ďalej pozoruje okulárom. Zjednodušená schéma vzniku obrazu v mikroskope je znázornená na obr. 27.



Obr. 27 Zjednodušená schéma prechodu svetelných lúčov metalografickým mikroskopom

Po prechode objektívom vytvárajú svetelné lúče zväčšený obraz veľkosti $A'B'$ pozorovaného predmetu AB . Zväčšenie objektívu l_1 je dané vzťahom:

$$l_1 = \frac{A'B'}{AB}.$$

Zväčšenie okuláru l_2 sa dá opäť vyjadriť podielom veľkosti neskutočného obrazu $A''B''$ a skutočného obrazu $A'B'$, vytvoreného objektívom:

$$l_2 = \frac{A''B''}{A'B'}.$$

Celkové zväčšenie Z je dané podielom veľkosti obrazu a pozorovaného predmetu:

$$Z = \frac{A''B''}{AB} = \frac{A''B''}{A'B'} \cdot \frac{A'B'}{AB} = l_1 \cdot l_2,$$

teda celkové zväčšenie mikroskopu je dané súčinom zväčšenia objektívu a okuláru.

Užitočné zväčšenie je také zväčšenie, ktoré môže ľudské oko rozlíšiť. Veľkosť užitočného zväčšenia sa vypočíta zo vzťahu:

$$Z_u = d_o/d,$$

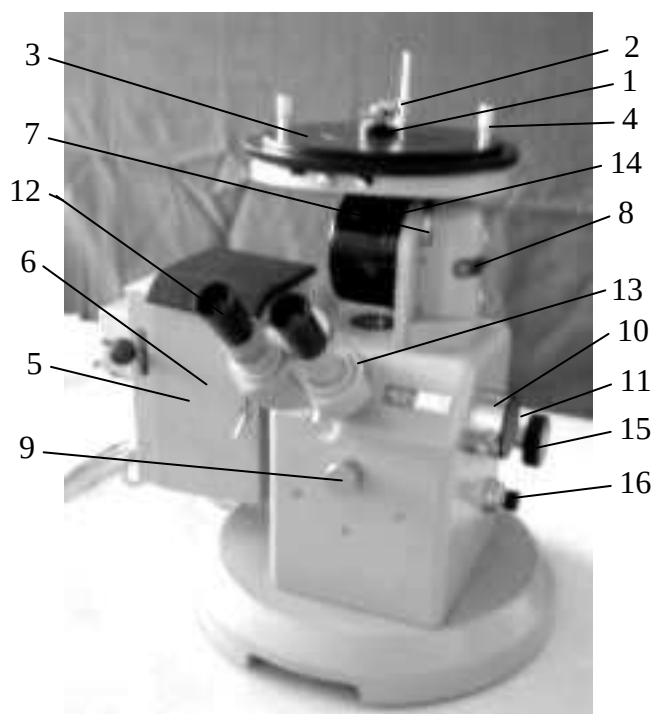
kde d_o je rozlišovacia schopnosť ľudského oka, t. j. asi 0,3 mm, ak pozorujeme z konvenčnej zrakovej vzdialenosti 250 mm; d je rozlišovacia schopnosť objektívu.

K približnému odhadu užitočného zväčšenia mikroskopu slúži Abbého pravidlo, podľa ktorého $Z_u = (500 \text{ až } 1000)A$, kde A je číselná apertúra použitého objektívu.

Prázdne zväčšenie. Ak použijeme pri pozorovaní obrazu vytvoreného objektívom okulár s veľkým zväčšením, nezistíme v pozorovanej štruktúre nové detaily, iba zväčšíme detaily, ktoré rozlíšil objektív. Takto získané zväčšenie sa nazýva prázdne zväčšenie.

3.2 Manipulácia so svetelným mikroskopom

Výučbové laboratórium svetelnej metalografickej mikroskopie je vybavené mikroskopmi Epityp 2. Sú to prevrátané mikroskopy pre bežnú kontrolu materiálu pri pozorovaní vo svetlom poli. Pohľad na mikroskop je znázornený na obr. 28.



Obr. 28 Svetelný metalografický mikroskop Epityp 2

1 - vzorka, 2 - príchytka, 3 - stôl, 4 - vodiace kolíky, 5 - osvetľovacie zariadenie, 6 - ovládacia páka matného skla, 7 - apertúrna clona, 8 - svetelný filter, 9 - prepínač osvetlenia „pozorovanie - fotografovanie“, 10 - nástavec na fotografovacie zariadenie, 11 - poľná clona, 12 - binokulár, 13 - nastavenie okulára, 14 - objektívy, 15 - hrubý zdvih, 16 - mikrozdvih

Nastavenie optiky. Mikroskop je vybavený binokulárom. Jednotlivé okuliare (12) sú ručne vysúvateľné z príslušného tubusu, pričom vzdialenosť tubusov je možné prispôbiť vzdialenosti očí pozorovateľa. Objektívy (14) sú zaskrutkované v revolverovom bubne. Pri výmene objektívu uchopíme bubon (ľavou rukou), stiahneme ho ľahko kolmo dole a pretočíme tak, aby bol zvolený objektív vo zvislej polohe, smerujúc do otvoru v hornej doske stola (3) a bubon pustíme do drážky. Na začiatku pozorovania sa obvykle nastavuje zväčšenie 100 x (t. j. objektív 10 x a okulár 10 x, resp. objektív 12,5 x a okulár 8 x).

Zapojenie osvetlenia. Osvetľovacie zariadenie (5) je napájané cez transformátor, ktorý po napojení na sieť zapneme páčkovým vypínačom do polohy I.

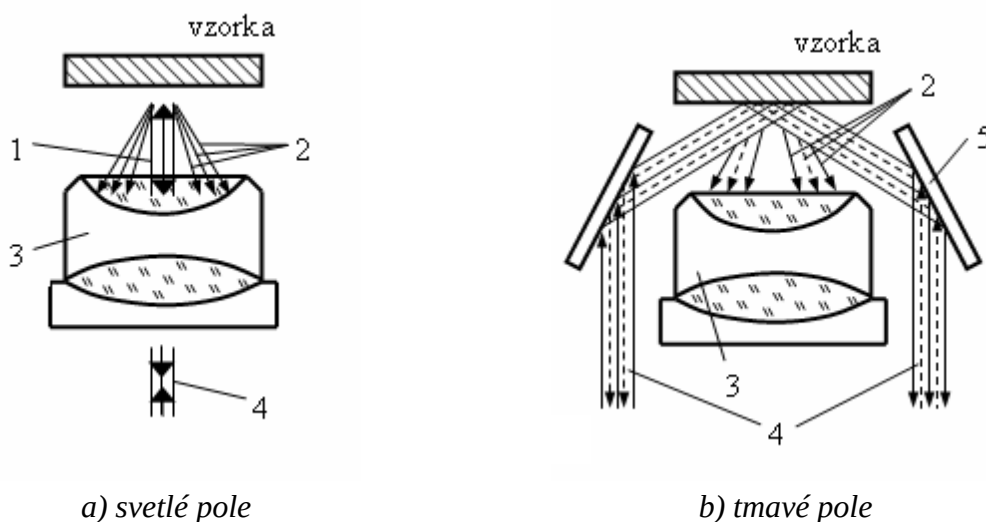
Kontrola prechodu svetelných lúčov. Páčka (6) má byť v spodnej polohe (nastavenie matného skla), značka na gombíku (9) v hornej polohe (v opačnom prípade prechádza obraz do nástavca pre fotografovacie zariadenie (10)). Vlnová dĺžka a intenzita svetelných lúčov sa mení zaraďovaním filtrov (8). Poľná clona (11) a apertúrna clona (7) sú nastavené tak, že pre zv. 100 x poľná clona sleduje hranice zorného poľa, apertúrna clona má hodnotu 5 až 7. Pre prípad nastavenia väčšieho zväčšenia je potrebné znížiť hodnotu apertúrnej clony až na hodnotu 1. V prípade, že je nastavené malé zväčšenie a nízka hodnota apertúrnej clony, dochádza k splastizovaniu obrazu, naopak keď je hodnota apertúrnej clony vysoká a aj zväčšenie, nie je možné obraz zaostriť.

Uloženie vzorky. Vzorka určená na pozorovanie (1) sa ukladá na hornú dosku stola (3) pripravenou plochou dole. Výber pozorovaného miesta umožňuje pohyb hornej dosky stola po spodnej, pri ktorom využívame kolíky (4). Plynulý ručný pohyb umožňuje špeciálne mazivo, ktorého molekulárne sily zabráňujú trhavému pohybu vzorky.

Zaostrovanie mikroskopu. Obraz sa zaostruje nastavením správnej vzdialenosti vzorky a objektívu, t. j. nastavením správnej výšky stola (3). K tomu slúži hrubý zdvih, ovládaný ručným kolieskom (15). Mikrozdvihom (16) len doladíme ostrosť obrazu.

Obraz pozorujeme binokulárom (12), pričom vzájomnú vzdialenosť okuliarov nastavujeme ručne tak, aby bolo viditeľné obidvoma očami jednoliate zorné pole.

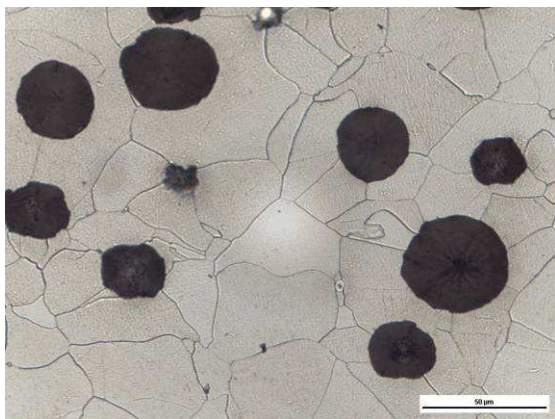
Aby sa dosiahla vysoká rozlišovacia schopnosť, musí byť dostatočne kontrastný obraz a dostatočné množstvo svetla odrazené od detailov obrazu, ktorý je potrebné rozlíšiť. Najobvyklejšou metódou na zvýšenie kontrastu v metalografii je použitie leptacích techník. Leptaním sa zvýši rozdiel v odraze i v rozptyle svetla na rôznych štruktúrnych súčiastiach. V prípade, že leptanie nie je dostatočne účinné alebo žiaduce vzhľadom k nepriaznivým vplyvom na štruktúru, používa sa rad optických metód na zvýšenie kontrastu štruktúrnych súčastí kovových materiálov, aplikovateľných na akýkoľvek stav povrchu vzorky. Optické metódy zviditeľňovania štruktúry, použiteľné v neleptanom stave aj v stave po leptaní, sú najmä *svetlé a tmavé pole, polarizované svetlo, fázový kontrast* (posledné dve metódy sú popísane v kap. 4.1).



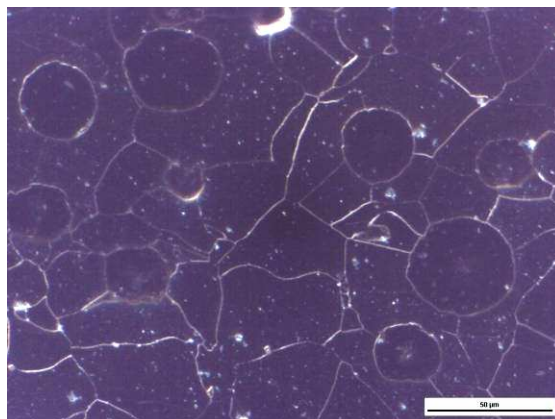
Obr. 29 Spôsoby osvetlenia metalografických vzoriek

1 - odrazený zväzok, 2 - rozptýlený zväzok, 3 - objektív, 4 - osvetľovací zväzok, 5 - zrkadlo

Pozorovanie vo svetlom poli je najpoužívannejším spôsobom osvetlenia v metalografii. Princíp osvetlenia je znázornený na obr. 29a. Svetelné lúče dopadajú na pozorovanú plochu metalografickej vzorky kolmo, alebo aj „priamo“, preto sa tento spôsob osvetlenia volá tiež „priame osvetlenie“. Pri takomto osvetlení nevznikajú tieň a pozorovaný obraz je málo výrazný a kontrastný. Oproti tomu jemné štruktúrne súčasti majú na obraze ostré obrisy (obr. 30a). Aby došlo k zvýšeniu kontrastu obrazu pri použití svetlého pola, používa sa vzájomné zladenie absorpcie a difúzneho rozptylu (vzniká v dôsledku nerovností povrchu, ktoré sa stávajú viditeľnými, pokiaľ ich veľkosť dosahuje aspoň vlnovú dĺžku použitého svetla) zmenšením otvoru v apertúrnej clone. Dôjde tým k odstráneniu presvetlenia, zníži sa podiel rozptýleného svetla a zvýši sa kontrast podrobností zviditeľnením ako následkom absorpcie, tak aj difúzneho rozptylu. Zmenšovanie otvoru apertúrnej clony je možné iba po určitú hranicu, po prekročení ktorej nastáva zhoršenie rozlišovacej schopnosti v dôsledku klesajúceho osvetlenia a strata detailov štruktúry. Analogické výsledky je možné dosiahnuť použitím farebných filtrov (najčastejšie zeleného), nakoľko v monochromatickom svetle môže byť presnejším zaostrením zviditeľnený rad podrobností štruktúry ako v polychromatickom svetle.



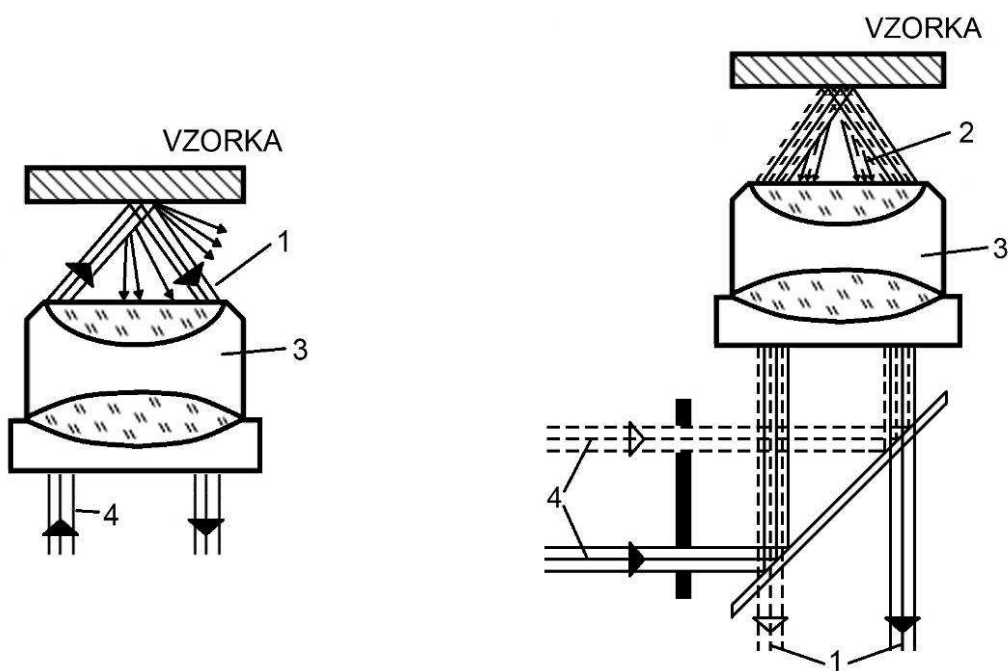
a) svetlé pole



b) tmavé pole

Obr. 30 Feritická liatina s guľôčkovým grafitom, lept. 3 % Nital

Šikmé osvetlenie sa dosahuje odklonením osvetľovacieho lúča (jednostranné šikmé osvetlenie) (obr. 31a) alebo pomocou prstencovej clony cloniacej strednú časť osvetľovacieho zväzku (všestranné šikmé osvetlenie) (obr. 31b).



a) jednostranné šikmé osvetlenie

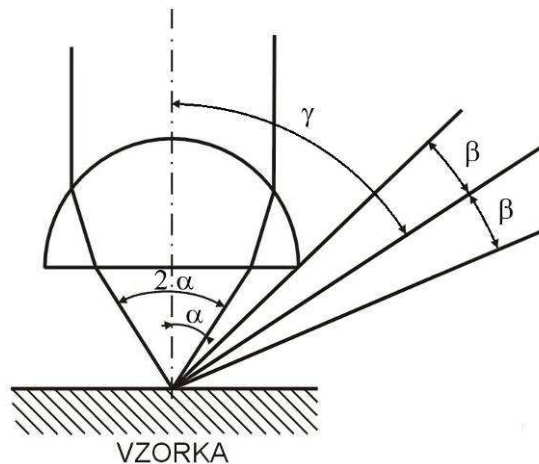
b) všestranné šikmé osvetlenie

Obr. 31 Prechod svetla pri šikmom osvetlení

1 - odrazený zväzok, 2 - rozptýlený zväzok, 3 - objektív, 4 - osvetľovací zväzok, 5 - zrkadlo

Pri jednostrannom šikmom osvetlení je rozlíšiteľnosť podrobností na výbruse významne závislá od dopadajúceho svetla. Smerový faktor sa odstráni použitím osvetlenia dopadajúceho na výbrus šikmo zo všetkých strán. Takýto spôsob osvetlenia umožňuje lepšie priestorové znázornenie povrchu ako svetlé pole.

Pozorovanie v tmavom poli. Kontrast obrazu charakteristický pre šikmé osvetlenie môže byť zosilnený ďalším odklonením osvetľujúceho lúča od kolmého smeru. Ak je rozdiel medzi uhlom dopadu γ a apertúrnym uhlom osvetľovacieho kužela β väčší ako je apertúrny uhol objektívu α , potom sa do objektívu nevracia žiadne priamo odrazené svetlo (obr. 32).



Obr. 32 Rozdiel medzi apertúrou objektívu a apertúrou osvetlenia

Pri danom spôsobe osvetlenia (obr. 29b) nedochádza k zobrazeniu povrchu výbrusu odrazeným svetlom, ktoré prechádza mimo objektív, ale svetlom rozptýleným v smere optickej osi mikroskopu. Použitie tmavého pola zvyšuje kontrast aj pri zachovaní otvorového uhla objektívu. Podrobnosti na výbruse pôsobením rozptylu svetelného lúča (difúzny rozptyl) sa javia svetlo a ich okolie ostáva tmavé. Obraz na tmavom pozadí má potom vynikajúci kontrast (obr. 30b). Použitím metódy tmavého pola vzniká obraz, ktorého kontrast je opačný v porovnaní so svetlým polom (obr. 30).

Pozorovanie v tmavom poli prináša úžitok v takých prípadoch, kedy majú byť zviditeľnené štruktúrne súčasti, pri ktorých je v svetlom poli difúzny rozptyl svetla slabý. Pozorovanie v tmavom poli je možné použiť iba pre malé zväčšenia. Rozdiel medzi pozorovaním v svetlom a tmavom poli spočíva v tom, že vo svetlom poli je osvetlené zorné pole, avšak pri osvetlení v tmavom poli je zorné pole tmavé a osvetlený je iba detail vyvolávajúci rozptyl svetla. V takomto prípade môžu byť zviditeľnené i detaily, ktoré sú menšie ako je rozlišovacia schopnosť pri pozorovaní v svetlom poli. Tieto výhody tmavého pola je možné využiť pri pozorovaní jemných nekovových inklúzií v oceli. Hrubé inklúzie sa v nepriamom osvetlení tmavého pola javia svetlejšie alebo majú charakteristické zafarbenie. Tmavé pole je užitočné aj v prípadoch, kedy malé difúzne reflektujúce objekty, ako sú trhlinky, stiahnutiny inklúzie, póry, rysy a dutiny, sú vo svetlom poli vplyvom prežiarenia nepozorovateľné. Nevýhodou osvetlenia v tmavom poli sú veľké straty svetelnej intenzity, ktoré ohraničujú použiteľnosť tejto metódy.

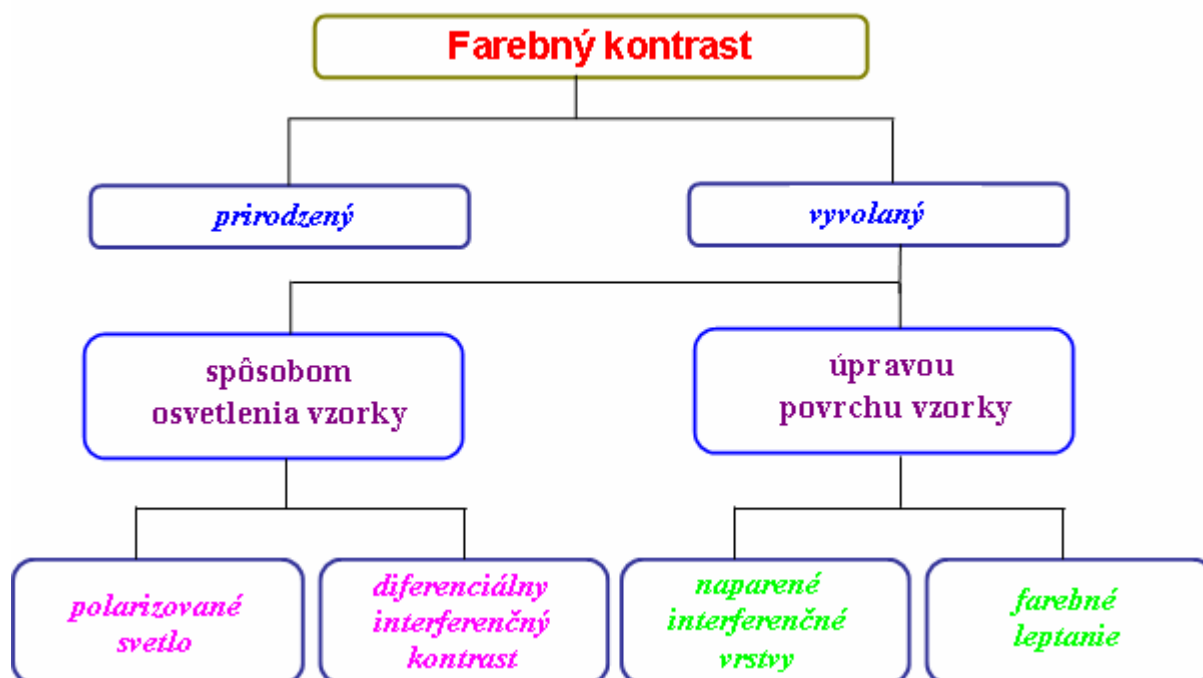
4 Nekonvenčné metalografické metódy

4.1 Farebný kontrast v metalografii

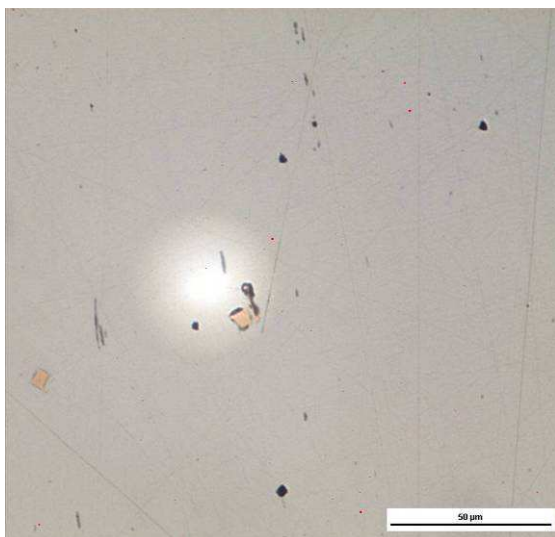
Farebná metalografia je súbor metódik svetelnej metalografickej mikroskopie, ktorý využíva farebný kontrast fáz ako zdroj nových informácií o štruktúre v porovnaní s klasickými postupmi. V rade prípadov je možné vyvolať farebný kontrast tam, kde sa klasickými postupmi vôbec nezíska identifikovateľný fázový kontrast. Pomocou farebného kontrastu získavame nové informácie o štruktúre, v čom je prínos jeho využitia v metalografii. Farebný modro-žltý kontrast je rozhodne výraznejší ako tmavosivo-svetlosivý kontrast. Pritom nie je podstatná celkom presná reprodukovateľnosť farieb, pretože nie je podstatné, či dve fázy rozlíšime podľa modro-žltého alebo zeleno-okrového kontrastu. Pri využívaní farebného kontrastu sa odlišujú štruktúrne zložky nielen podľa ich mikroskopického vzhľadu, ale vychádza sa i zo znalostí chemického zloženia skúmaného materiálu, vzájomných interakcií jeho zložiek a ich štruktúrnych prejavov, z vedomostí o možnom ovplyvnení štruktúry.

4.1.1 Metódy vyvolania farebného kontrastu

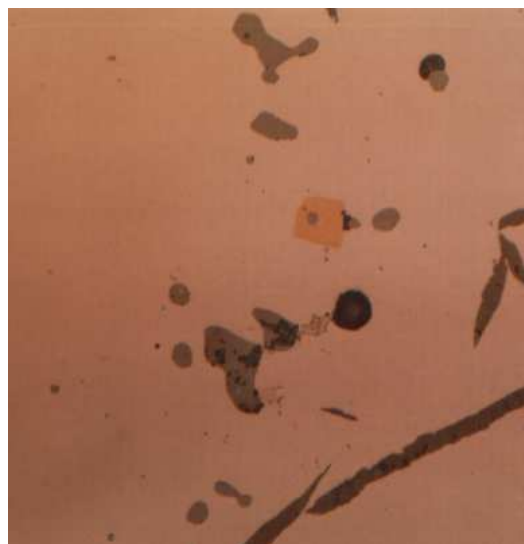
Farebný kontrast medzi jednotlivými mikrolokalitami je daný prirodzenou chromatickosťou niektorých fáz alebo je vyvolaný rôznymi spôsobmi (obr. 33). Možnosti využitia prirodzenej chromatickosti fáz (prirodzený farebný kontrast) sú v praktickej metalografii zriedkavé. V niektorých prípadoch je však možné odlíšiť štruktúrne súčasti podľa ich charakteristickej farby. Sú to napríklad karbonitridy titánu - Ti(CN), pre ktoré je charakteristické oranžové sfarbenie (obr. 34). Naopak, najčastejšie použiteľný je vhodnou metódou vyvolaný farebný kontrast medzi fázami.



Obr. 33 Spôsoby dosiahnutia farebného kontrastu



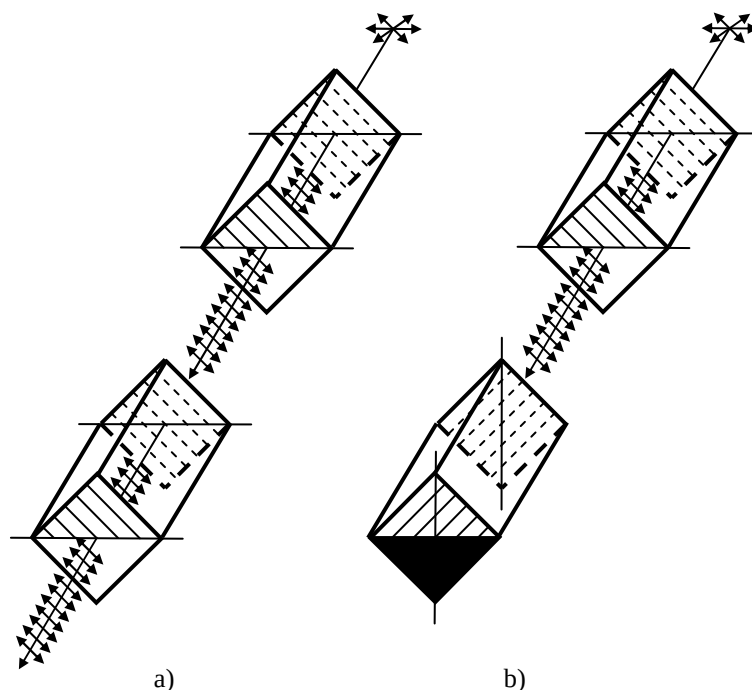
a) inklúzie v oceli



b) inklúzie v liatine, zv. 500 x

Obr. 34 Ti inklúzie oranžové, prirodzený farebný kontrast, neleptané

Farebný kontrast môže byť vyvolaný spôsobom osvetlenia vzorky (polarizované svetlo, diferenciálny interferenčný kontrast) alebo úpravou povrchu vzorky (naparené interferenčné vrstvy, farebné leptanie).



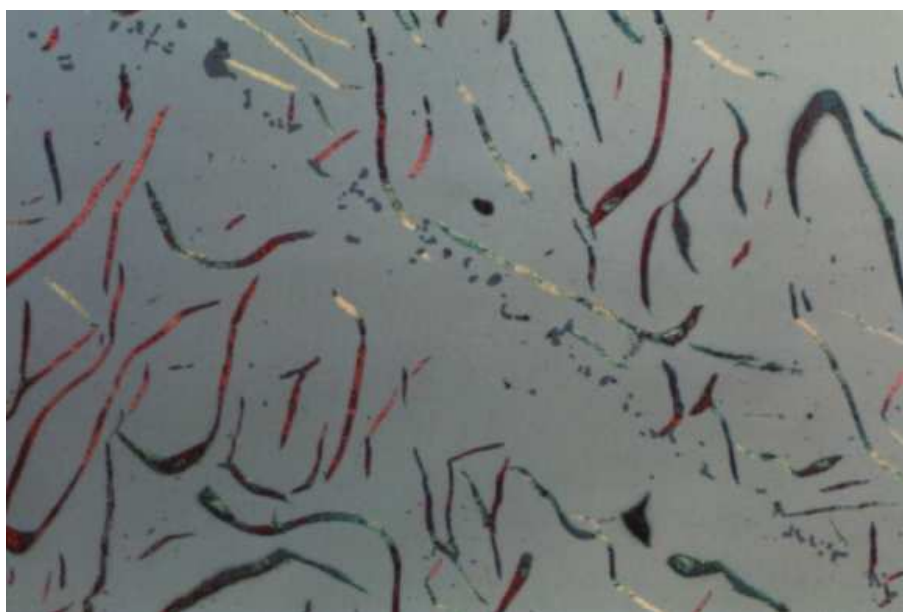
a)

b)

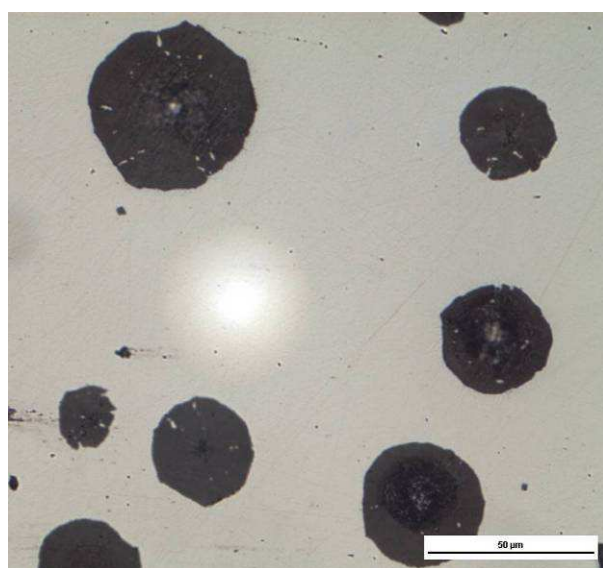
Obr. 35 Priechod svetelných lúčov nikolmi a) rovnobežnými, b) skríženými

Polarizované svetlo využívané v metalografickej praxi je svetlo s definovanou polohou rovín kmitov. Ide o lineárne polarizované svetlo, ktoré sa získa z nepolarizovaného svetla pomocou látok, ktoré sú dvojlomné. Sú to opticky anizotropné látky, ktoré rozdelia dopadajúci lúč na dva polarizované lúče. Lineárne polarizované svetlo pre mikroskopické pozorovanie sa získava pomocou nikolu t. j. upraveného dvojlomného kryštálu islandského vápenca.

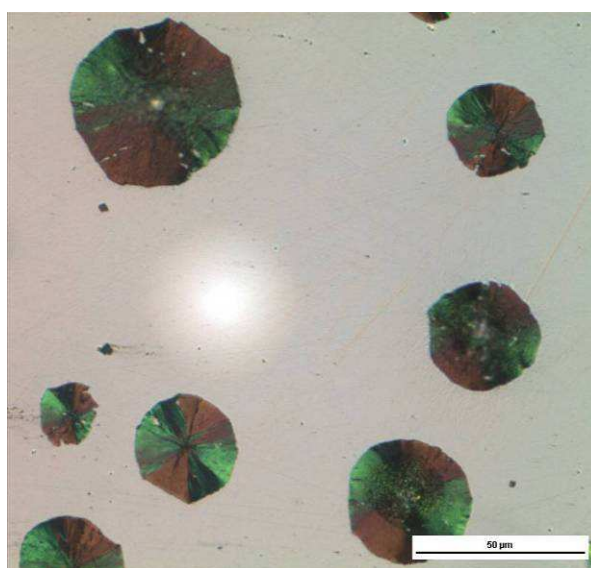
Moderné mikroskopy sú vybavené dvoma nikolovými hranolmi (obr. 35). Pre použitie polarizovaného svetla je dôležité pripraviť kvalitné vzorky bez nerovností a znečistení, pretože tie ovplyvňujú polarizáciu odrazom a potláčajú efekty anizotropie. Na druhej strane povrchový reliéf vzorky, leptaný pre klasické postupy pozorovania, je možné v polarizovanom svetle zvýrazniť. Polarizované svetlo sa používa pri podrobnom štúdiu ťažko leptateľných anizotropných fáz, napr. grafitu (obr. 36 a obr. 37) a cementitu. Hlavný význam pozorovania v polarizovanom svetle spočíva vo väčšej možnosti odlíšenia štruktúrnych zložiek v zmesiach fáz.



Obr. 36 Inklúzie pozdĺž primárnej osi dendritu a lupienkový grafit, neleptané, polarizované svetlo, zv. 100 x



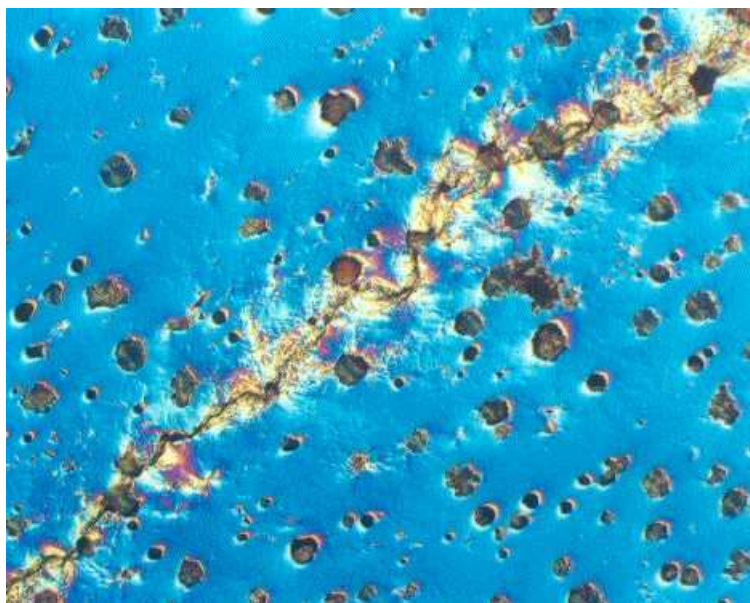
a) čierno-biely kontrast, svetlé pole



b) polarizované svetlo

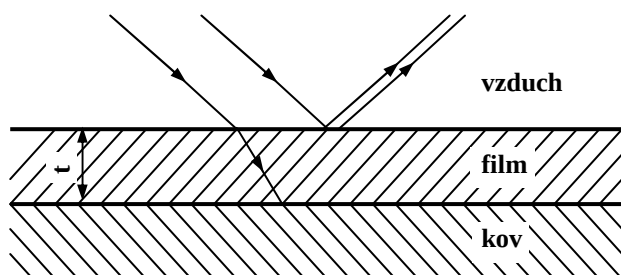
Obr. 37 Gulôčkový grafit, neleptané

Metóda diferenciálneho interferenčného kontrastu (DIK) je založená na skutočnosti, že svetelné vlny odrazené od nerovnosti povrchu sa odlišujú v amplitúdach, príp. intenzite. Metóda je výhodná pri zviditeľnení nepatrných stupňov a nerovností. Do tejto skupiny metód zvyšovania kontrastu optickou cestou patrí Nomarského metóda interferenčného kontrastu (obr. 38), založená na interferencii lúčov, ktoré vytvárajú dva mierne posunuté obrazy povrchu (každý bod objektu zobrazujú dva lúče). Diferenciálny interferenčný kontrast zvyšuje relatívne výškové nerovnosti povrchu, zvyrazňuje hranice zŕn a ťažko leptateľné intermediárne fázy.



Obr. 38 Únavová trhlina v bainitickej liatine s guľôčkovým grafitom, DIK-Nomarski, zv. 50 x

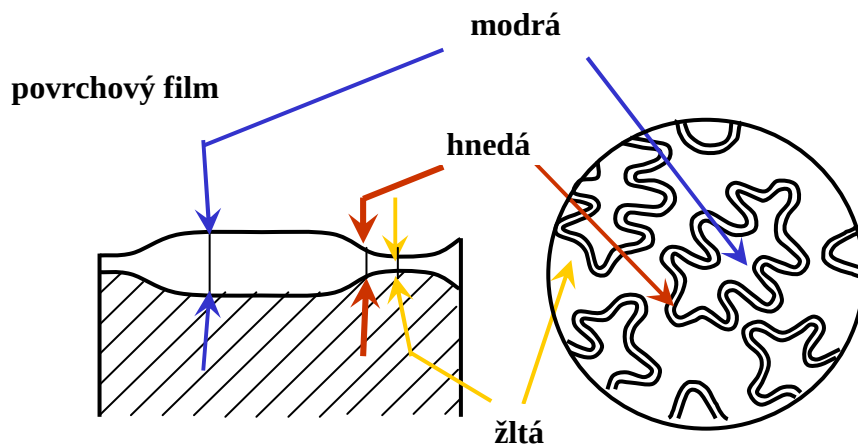
Naparené interferenčné vrstvy majú význam pri zvýraznení odlišnej odrazivosti svetla na jednotlivých fázach. Odlišné fázy majú odlišné spektrum odrazeného svetla s iným charakteristickým minimom z hľadiska vlnovej dĺžky. Nakoľko sú vlnové dĺžky rôzne, majú v odrazenom svetle odlišnú farbu, ktorá je podstatou odlišenia fáz pri metalografickom rozboře (obr. 39). Metóda je vhodná najmä na detailnejšie štúdium inklúzií.



Obr. 39 Schéma interferencie lúčov odrazených od vzorky s povlakom

Farebné leptanie je najdôležitejším spôsobom vyvolania farebného kontrastu úpravou povrchu vzorky v metalografickej mikroskopii. Reakciou povrchu metalografického výbrusu a leptadla vzniká transparentný film premenlivej hrúbky, ktorý má funkciu interferenčného povlaku. Ak je pozorovaná vzorka pokrytá transparentným filmom, vzniká interferencia

svetla v dôsledku rozdelenia odrazeného svetla na zložky odrazené na rozhraní vzduch - vrstva a na rozhraní kov - vrstva.



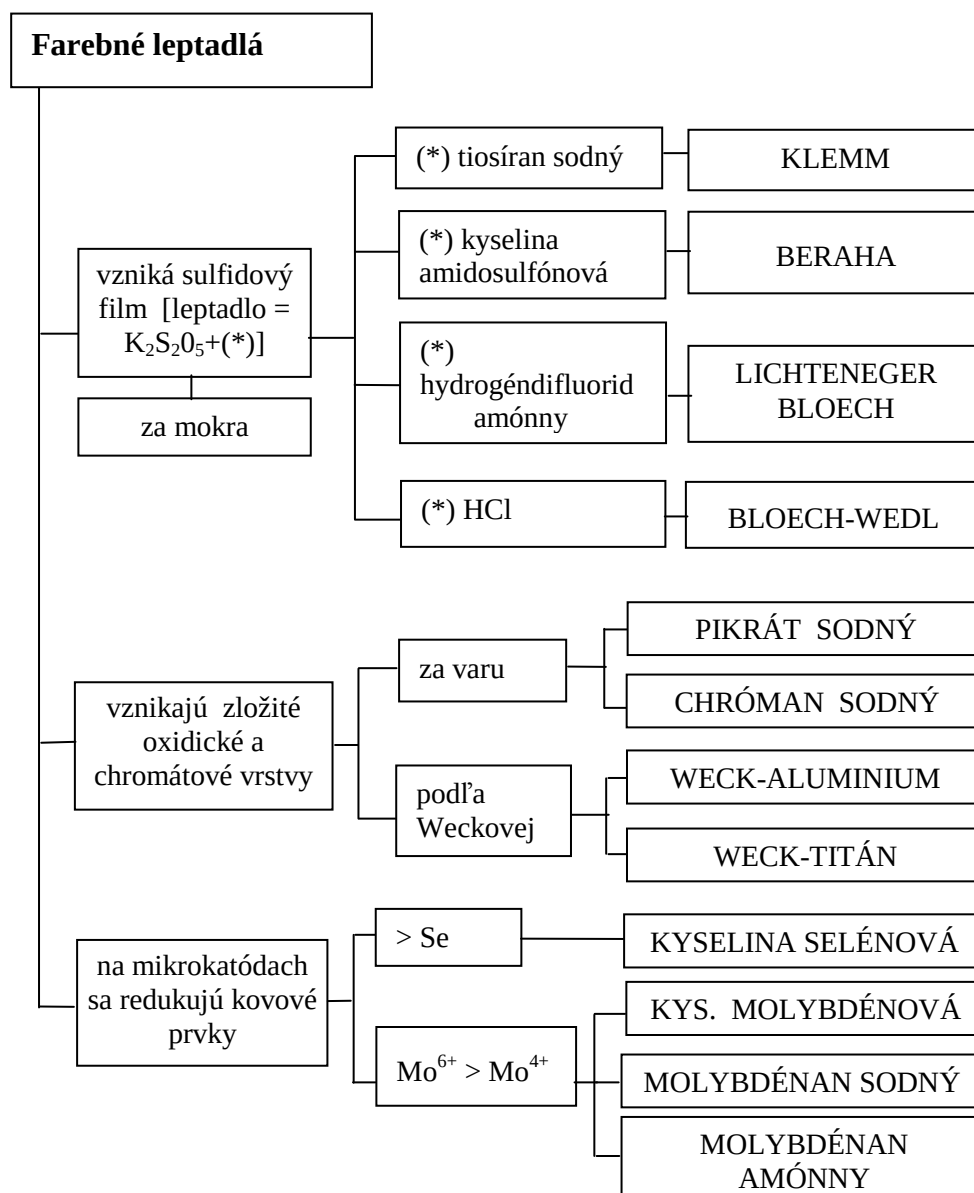
Obr. 40 Podstata farebného leptania

Vo všeobecnosti interferenčný jav závisí od vlnovej dĺžky svetelného zdroja λ , hrúbky filmu t a indexu lomu svetla v ňom. Interferenciu možno očakávať vtedy, keď sa líši skutočná dráha svetla odrazeného od oboch povrchov o nepárny násobok $\lambda/2$. Ak uvažujeme, že hrúbka filmu je približne polovicou dráhového rozdielu lúčov (pri kolmom osvetlení), potom interferencia nastáva pri $t = (2k + 1) \cdot \lambda / 4n$, kde k je ľubovoľné prirodzené číslo a n index lomu svetla v povlaku, teda približne pri t rovnom nepárnemu násobku $\lambda/4$. Najvýraznejší farebný kontrast sa dosahuje v najtenšej hrúbke povlaku zabezpečujúcej interferenciu (t. j. $t = \lambda/4$). Po osvetlení bielym svetlom sa pri splnení tejto podmienky objaví pre niektorú zložku svetla v dôsledku interferencie komplementárna farba (modrá - žltá, zelená - ryšavohnedá).

Hrúbka transparentného interferenčného povlaku vznikajúceho v dôsledku účinku leptadla závisí od chemického zloženia materiálu výbrusu, od chemického zloženia leptadla a doby leptania. Ak sú podmienky leptania (druh leptadla, doba leptania) konštantné a výrazne sa mení chemické zloženie jednotlivých mikrolokalít, bude sa meniť aj hrúbka vzniknutého povlaku v závislosti od chemického zloženia mikrolokalít a v dôsledku toho aj farba jednotlivých mikrolokalít už pri osvetlení vo svetlom poli. Táto podstata farebného leptania je schematicky znázornená na príklade dendritického odmiešania (obr. 40).

4.1.2 Farebné leptadlá a ich použitie

Chemické zloženie leptadiel je zvolené tak, aby bolo možné vytvoriť povlaky s meniacou sa hrúbkou asi v rozmedzí 100 až 150 nm, s využiteľnou závislosťou hrúbky povlaku od chemického zloženia skúmaných štruktúrnych zložiek. Existuje rad leptadiel so špecifickými možnosťami použitia pri metalografickej analýze (obr. 41).



Obr. 41 Schéma rozdelenia farebných leptadiel

Najdôležitejšie farebné leptadlá je možné rozdeliť do 3 skupín:

1. pyrosiričitanové leptadlá (Klemm, Beraha, Lichtenegger-Bloech, Bloech-Wedl);
2. molybdénové leptadlá (molybdénan sodný, kyselina molybdénová);
3. horúce leptadlá (pikrát sodný, chróman sodný).

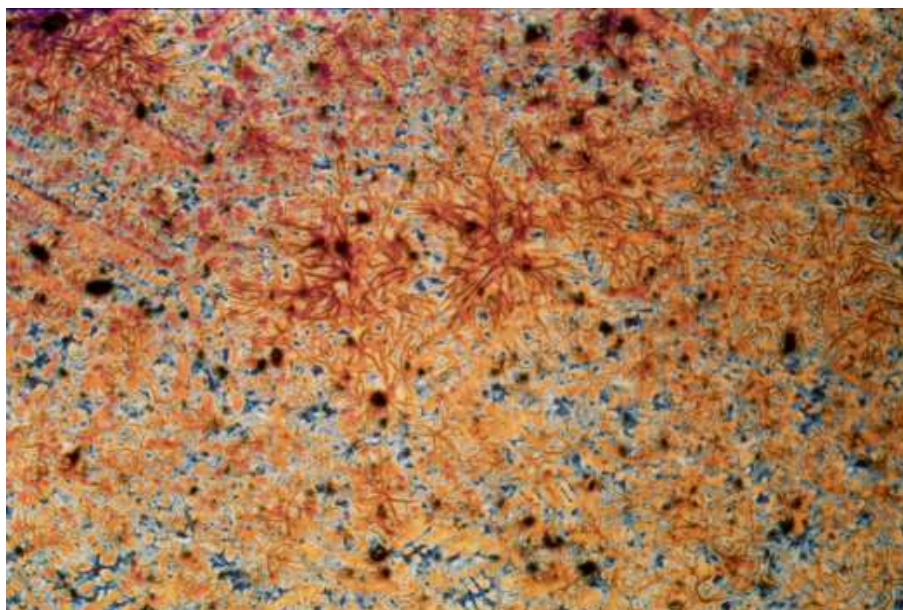
Použitie farebných leptadiel je uvedené v tab. 3.

Požitie farebných leptadiel

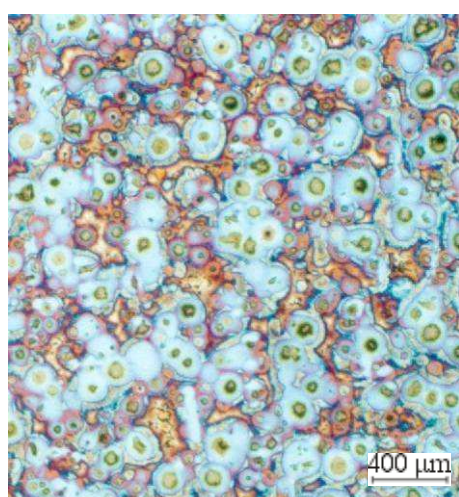
Farebné leptadlá	Leptadlo	Použitie
Pyrosiričitanové leptadlá	Klemm I	nízkouhlíkové ocele, mangánové austenitické ocele, grafitické liatiny
	Klemm II a III	meď, spájkované spoje medi a jej zliatiny
	Klemm III	zliatiny medi a ich zvary
	Beraha I	uhlíkové a nízkolegovné ocele, cementované, nitrocementované, karbonitridované uhlíkové, nízko-strednelegované ocele
	Beraha II	vysokolegované ocele
	Beraha III	niklové a kobaltové zliatiny
	Beraha-Martenzit	ADI liatiny, izotermicky zušľachtená ložisková oceľ, ostatné použitie ako Beraha I
	Lichtenegger a Bloech I	austenitické chromniklové ocele
	Lichtenegger a Bloech II	zvary autenitických ocelí
	Lichtenegger a Bloech III a IV	odlíšenie zvyškového austenitu v štruktúre kalených ocelí.
	Bloech a Wedl I	chrómniklové austenitické ocele a austenitické liatiny
	Bloech a Wedl II	austenitické ocele s vysokým obsahom prísad
Molybdénové leptadlá	Molybdénan sodný	liatiny predleptané Nitalom, ocele
	Kyselina molybdénová	zvýraznenie chemicko-tepelne spracovaných vrstiev
Horúce leptadlá	Pikrát sodný	grafitické liatiny
	Chroman sodný	grafitické liatiny

Uvedené leptadlá sa používajú pre rôzne materiály. Leptadlá vhodné na leptanie grafitických liatin sú vhodné pre farebné leptanie v uvedených prípadoch:

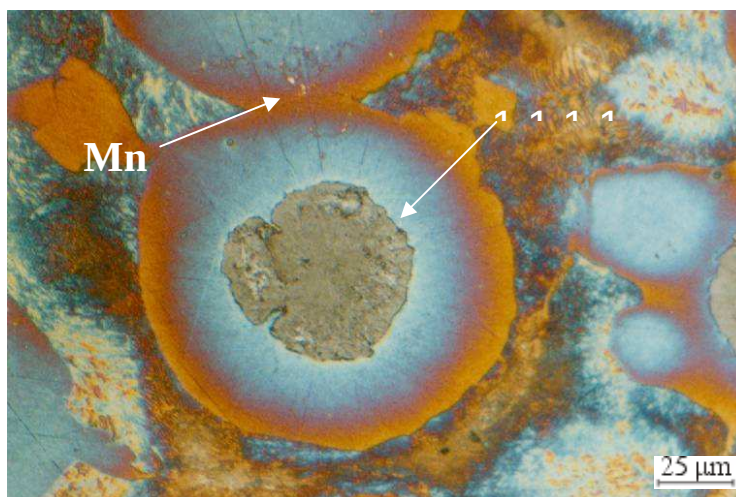
- *Klemm I* - na zviditeľnenie odmiešania Si a Mn. V blízkosti grafitických častíc je najvyšší obsah Si a najnižší obsah Mn - svetlé miesta, smerom k hraniciam eutektických buniek sa znižuje obsah Si a rastie obsah Mn - postupné tmavnutie hnedej farby. Na hraniciach eutektických buniek je najvyšší obsah Mn a najnižší obsah Si, čo sa prejavuje modrým zafarbením;
- *Beraha-Martenzit* - štruktúra ADI liatiny, hranice eutektických buniek a odmiešanie karbidotvorných prísad;
- *pikrát sodný* - na vyvolanie primárnej štruktúry v sivej liatine na základe odmiešania fosforu a ďalších prvkov, hranice eutektických buniek (obr. 42);
- *chróman sodný* - na vyvolanie primárnej štruktúry v modifikovaných liatinách (obr. 43).



Obr. 42 Liatina s lupienkovým grafitom - eutektické bunky, lept. pikrát sodný, zv. 10 x



a) makroštruktúra - eutektické bunky



b) odmiešanie Si a Mn

Obr. 43 Liatina s guľôčkovým grafitom, lept. chróman sodný

4. 2 Metódy kvantitatívneho hodnotenia štruktúrnych parametrov

Preferovaným termínom dneška pre metódy používané na kvantitatívny popis štruktúrnych parametrov je „kvantitatívna stereológia“, ktorá bola definovaná ako „...podstata metód používaných pre prieskum 3-D priestoru v prípade, ak sú dostupné iba 2-dimenzionálne prierezy tuhými telesami alebo ich projekcie na povrchu telies.“ Podstatou stereológie je meranie parametrov ovplyvňujúcich vlastnosti materiálu, vykonané na rovinnej ploche na vyslovenie záverov o objemových charakteristikách mikroštruktúry.

Prvým krokom pri použití kvantitatívnych (stereologických) metód na hodnotenie štruktúrnych parametrov je ujasnenie si cieľa merania, a teda zadefinovať parametre, ktoré majú byť hodnotené. V prípade rutinných kvalitatívnych kontrol sú tieto parametre priamo

dané výrobným procesom a zisťuje sa iba ich prípadná odchýlka od normou stanovených hodnôt. Najčastejšie v praxi tieto kontrolné merania zahŕňajú stanovenie veľkosti zŕn, objemový podiel fáz alebo zložiek, medzilamelárnu vzdialenosť, stupeň sferoidizácie a hĺbku oduhličenia. V prípade výskumu býva výrobný proces častokrát značne menený a vyžaduje sa dôkladnejšia znalosť štruktúry, a teda aj použitie komplikovanejších a obsiahnejších kvantitatívnych metód.

V prípade použitia metód na kvantitatívne hodnotenie štruktúry materiálu musí byť použitá postupnosť, pomocou ktorej budú zodpovedané nasledujúce otázky:

- ktoré mikroštruktúrne súčasti sú spojené s očakávanými funkčnými podmienkami alebo vyžadovanými vlastnosťami kontrolovanej súčasti;
- ako je možné tieto štruktúrne charakteristiky odhaliť a odmerať;
- aká je najvhodnejšia a najúčinnnejšia metóda ich merania;
- aké manuálne, prípadne automatizované techniky môžu byť použité pre zjednodušenie samotného merania;
- koľko vzoriek by malo byť hodnotených, z ktorej časti produktu by tieto vzorky mali byť odobraté a v akom smere by mali byť hodnotené (vzhľadom na orientáciu štruktúry);
- ako by mala byť pripravená vzorka;
- aké zväčšenie by malo byť použité pri meraní;
- koľko meraní sa má vykonať na vzorke;
- ako by mali byť namerané hodnoty vyhodnotené a prezentované;
- aké závery by mali vyplývať z meraní.

Tieto otázky nie sú triviálne a odpovede na ne slúžia na uľahčenie definície problému, určenie spôsobu získania a vyhodnotenia údajov a pomocou nich je možné dôjsť k jednoznačným záverom.

Použitie kvantitatívnych metód má svoje uplatnenie pri kvalitatívnych kontrolách výrobkov, ale aj pri zisťovaní vzťahov medzi štruktúrou a vlastnosťami hodnotených materiálov. Sú využiteľné pre fyzikálnu metalurgiu, kde slúžia na analýzu fázových premien a kinetiky týchto procesov. Analýzou porušených povrchov je tiež možné objasniť spôsob ich porušenia a zároveň aj určiť jeho dôvod.

Vývojom nových postupov ako aj programov pre analýzu obrazu je možné pomocou kvantitatívnych metód zistiť vzťah medzi štruktúrou a vlastnosťami materiálov.

4.2.1 Základné faktory vplývajúce na merania

Odber vzoriek. Pre získanie údajov s výpovednou hodnotou je potrebné zabezpečiť správny odber a prípravu vzorky pred samotným meraním. Zvolená vzorka musí byť reprezentatívna pre celú súčiastku alebo polotovar, z ktorého bola odobratá.

Pre zabezpečenie štatisticky presných údajov sú vzorky odobraté z náhodného miesta. Pri tomto spôsobe odberu je rovnaký predpoklad odberu vzoriek z každého miesta výrobku.

V špecifických prípadoch je miesto odberu vzorky zámerne volené, vzhľadom na hodnotenú mikroštruktúru alebo vlastnosti, v konkrétnom mieste výrobku.

V prípade hodnotenia veľkých výrobkov, prípadne viacnásobného odberu vzoriek z jedného výrobku, je potrebné popísať miesta odberu vzoriek, ako aj ich orientáciu a veľkosť, vzhľadom na pôvodný výrobok, z ktorého boli odobraté. Vzorky odobraté z rôznych miest,

prípadne inak usmernenej štruktúry budú vykazovať iné štruktúrne charakteristiky a materiál bude mať iné vlastnosti.

Počet odobratých vzoriek, ako aj miesta odberu, určuje hodnotiaci pracovník, ktorý musí zabezpečiť ich reprezentatívnosť pre celú hodnotenú súčasť, a teda aj reprodukovateľnosť získaných výsledkov. Keď sú vzorky odobraté z hodnotenej súčasti a je identifikovaná ich lokalizácia vzhľadom na geometriu výrobku, nasleduje ich príprava (kap. 2).

Výber miesta merania. Po príprave vzoriek na hodnotenie je možné pristúpiť k samotnému meraniu. Pre manuálne hodnotenie môžu byť použité testovacie mriežky, a to buď stupnica v okulári mikroskopu, alebo testovacie mriežky, ktoré sa prikladajú na matnicu mikroskopu, prípadne na fotografiu hodnotenej štruktúry. V prípade automatickej analýzy obrazu sa použije príslušný software obrazovej analýzy, ktorého funkciou je zmerať a zaznamenať výsledky meraní zvolených objektov.

V každom prípade je potrebné určiť si počet meraní, ktoré budú vykonané, ako aj umiestnenie jednotlivých hodnotených oblastí vo vzťahu k hodnotenej vzorke. Rovnako dôležitá je aj voľba vhodného zväčšenia, pri ktorom sa budú zvolené objekty merať. Použité zväčšenie je volené ako kompromis medzi zobrazením štruktúry a meraných objektov. Hodnotená plocha musí byť dosť veľká, aby bola zohľadnená heterogenita materiálu a dosiahol sa dostatočný počet meraní. Vo väčšine prípadov je vykonaný väčší počet meraní a následne je vypočítaná stredná hodnota charakterizujúca merané objekty. Keď chceme dosiahnuť zmenšenie chyby merania pri n meraniach o polovicu, je potrebné vykonať ďalších $4.n$ meraní. Najvýhodnejšie je vykonať merania po celej hodnotenej ploche vzorky s určitou systematickosťou tak, aby bola zohľadnená celá táto plocha a nie iba niektoré lokálne oblasti.

4.2.2 Metódy hodnotenia

Hodnotenie podľa noriem pomocou etalónov. Základné hodnotenie štruktúrnych parametrov je vykonávané porovnávaním hodnotenej štruktúry s etalónmi alebo pomocou testovacích mriežok, pričom obe tieto techniky sú popísané v normách pre hodnotenie príslušného materiálu a daných štruktúrnych parametrov. Pri hodnotení norma odporúča vhodné zväčšenie, ktoré je vo väčšine prípadov 100 x, pričom je v norme uvedený aj postup merania a príprava materiálu pred hodnotením. Podľa etalónov hodnotíme napr. veľkosť zrna, grafit v liatinách (tvar, veľkosť, príp. rozloženie), kremík v silumínoch (tvar, rozloženie), dendritickosť atď.

Hodnotenie pomocou testovacích mriežok. Vzhľadom k ich jednoduchému použitiu a dostatočnej presnosti výsledkov sú v technickej praxi vo veľkej miere využívané testovacie mriežky. Testovacie mriežky sa využívajú na hodnotenie veľkosti zŕn (metodiky merania sú uvedené aj v normách), inklúzií a hodnotenie grafitu, ako aj na hodnotenie plošného podielu fáz. Pri prechádzaní plochou vzorky je na náhodné miesta prikladaná testovacia mriežka na matnicu mikroskopu, prípadne fotografie. Odporúčané je opakovať meranie na najmenej desiatich rôznych miestach. Použité zväčšenie býva spravidla také, aby bolo možné zreteľne odlíšiť hodnotené štruktúrne parametre. Merania sa uskutočňujú iba v miestach, ktoré sú reprezentatívne pre štruktúru celej vzorky.

4.2.3 Meranie hrúbky a hĺbkych vrstiev

Metódy pri meraní hĺbok a hrúbok vrstiev sú analogické. Vo všetkých prípadoch sa kladie dôraz na miesto odobratia vzorky a jej prípravu, ako aj na samotný postup merania. Merania musia byť vykonané na reprezentatívnych vzorkách, pričom miesta hodnotení musia byť

navzájom dostatočne vzdialené tak, aby bolo zabezpečené dostatočné množstvo údajov použiteľné pre výpočet skutočnej hĺbky, prípadne hrúbky meranej vrstvy.

Počas niektorých procesov tepelného spracovania a tvárnenia za tepla dochádza k oduhličeniu povrchových vrstiev výrobkov z ocele, alebo sú povrchy chemicko-tepelným spracovaním upravené. Hĺbka tejto oduhličenej, alebo inak vytvorenej vrstvy je závislá od chemického zloženia spracovávaného materiálu a od samotného procesu spracovania. Možnosť odmerať hĺbku takejto vrstvy je potom závislá od štruktúry daného materiálu.

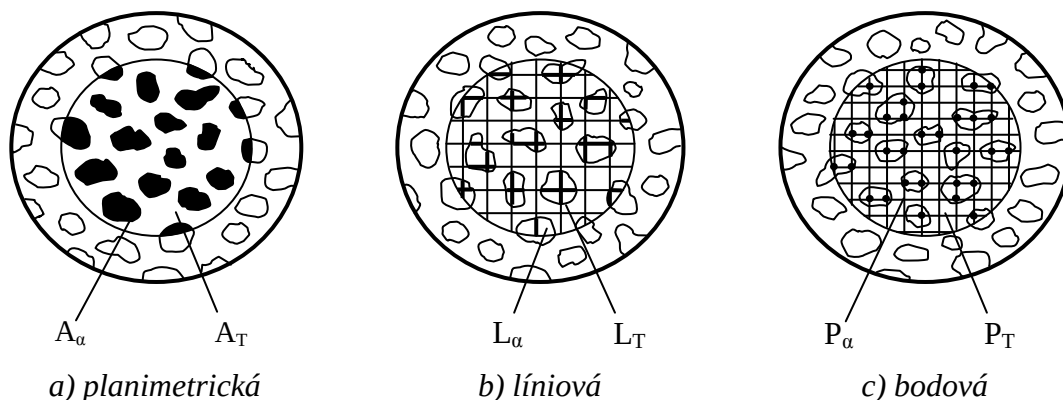
Obvykle sa hĺbka vrstvy meria pomocou optického mikroskopu so stupnicou v okulári. Hĺbka vrstvy nemusí byť rovnomerná a pri výbere miest odberu vzoriek treba tento fakt zväžiť. Musí byť zabezpečený odber takých vzoriek, ktoré budú reprezentovať celý výrobok. Vzorka by mala byť odobratá a hodnotená v priečnom smere voči povrchu tyče alebo výrobku. Inou možnosťou určenia hĺbky vrstvy je využitie programov pre obrazovú analýzu, ktoré umožňujú vykonať takéto meranie pomocou mikroskopu a počítača. Pre vyhodnotenie merania je potrebné zabezpečiť dostatočný počet nameraných hodnôt, ktoré by mali byť získané počas hodnotenia celej dostupnej dĺžky vzorky. Zväčšenie má byť volené v závislosti od hodnoteného materiálu, spôsobu úpravy povrchu a hĺbky danej vrstvy. Využitie počítačových programov umožňuje rýchlejšie meranie a je možné zmerať väčšiu dĺžku vzorky a získať tak väčší počet hodnôt, ktoré sú následne používané na charakterizáciu tejto vrstvy, prípadne pri výpočte stredných hodnôt. Zväčšenie by sa malo voliť tak, aby bola zobrazená vzorka do 1,5 až 3-násobku hrúbky meranej vrstvy. Mal by byť vykonaný dostatočný počet meraní, aby boli hodnotené ako malé, tak aj veľké hrúbky vrstvy a následne by mala byť z nameraných hodnôt vypočítaná priemerná hodnota. Pri hrubých vrstvách sa meria ich hrúbka medzi povrchom vrstvy a základným materiálom, pričom maximálne a minimálne hodnoty sa merajú na výstupkoch a v priehlbínach povrchu. Pri objektívnom hodnotení hrúbky vrstiev sa odporúča ich opätovné premeranie po prebrúsení a preleštení vzorky.

4.2.4 Objemový podiel fáz a iných štruktúrnych súčastí

Určenie objemového podielu fáz alebo štruktúrnych súčastí je jednou z najdôležitejších charakteristík štruktúry. Obraz, ktorý pozorujeme v mikroskope, je vždy obrazom rovinného rezu štruktúrou. Popisom priestorových útvarov na základe ich rovinných rezov sa zaoberá stereológia. Základným východiskom je potom Cavalieriho-Hacquetov zákon, z ktorého vyplýva, že objemový podiel fázy v jednotke objemu a plošný podiel fázy v jednotke plochy sú totožné. Najjednoduchším spôsobom, akým je možné stanoviť plošný podiel je odhadnúť, prípadne merať podiel plochy, ktorú hodnotená fáza alebo štruktúrna súčasť zaberá. Odhadnutie plošného podielu je jednoduché, a preto často využívané, avšak je spojené s mnohými chybami. O niečo lepšia zhoda odhadu s realitou je dosahovaná pri hodnotení porovnávacou metódou, kedy je hodnotená plocha porovnávaná s príslušným etalónom, napr. podiel feritu a perlitu v grafitických liatinách. V tomto prípade závisí presnosť odhadu od miery zhody reálnej vzorky s etalónom.

V stereologickej literatúre sa objavuje celý rad symbolov pre matematický popis v závislosti od daného autora. Pre zjednotenie budúc d'alej uvedených metódach použité rovnaké základné symboly, kde P je bod, L = čiara, A = plocha, S = povrch, V = objem. Zvyčajné je aj duálne použitie symbolov. Napríklad P môže reprezentovať počet detekovaných bodov, počet bodov mriežky alebo počet priesečníkov. Testovanie objemu je rozlíšené pomocou indexu T , napr. L_T , A_T , V_T .

Existujú 3 postupy, ktorými je možné určiť plošný podiel na základe kvantitatívneho hodnotenia 2-D plôch: planimetrická (plošná), líniová a bodová metóda (obr. 44).



Obr. 44 Metódy hodnotenia obsahu fáz

Optimálnou metódou pre hodnotenie objemového podielu fáz a iných štruktúrnych súčastí je bodová metóda, kedy sú získané údaje jednoducho štatisticky spracovateľné a majú dobrú mieru zhody. Pre štruktúry s malým podielom hodnotených fáz sa odporúča použiť testovaciu mriežku s veľkým počtom bodov a naopak, pre materiály s väčším podielom danej fázy sa odporúča použiť mriežku s menším počtom testovacích bodov. Pre heterogénne materiály sa odporúča voliť mriežku s menším počtom bodov a hodnotiť väčší počet plôch. Vždy sa odporúča hodnotiť podiel tej fázy, ktorej je v štruktúre vylúčenej menej. Podiel fázy s väčším zastúpením sa potom dopočíta.

Vhodné zväčšenie sa má voliť najmenšie tak, aby sa na hodnotenú plochu zmestila práve jedna testovacia mriežka. Hodnotené plochy majú byť volené systematicky, aby bola hodnotená celá plocha vzorky, avšak majú byť reprezentatívne.

Pri planimetrickej metóde (obr. 44a) sa predpokladá, že priemerná hodnota plošného podielu A_A získaná pri hodnotení nepriehľadných plôch vzoriek je odhadom objemového podielu V_V .

Pre výpočet sa používa vzťah $A_A = \frac{\sum A_\alpha}{A_T} = V_V$, kde $\sum A_\alpha$ je súčet plôch, ktorú zaberá hodnotená fáza, prípadne iná hodnotená štruktúrna súčasť a A_T je veľkosť hodnotenej plochy.

V dnešnej dobe sa táto metóda, kvôli jej nevhodnosti pre aplikáciu na jemnozrnné materiály, používa iba zriedkavo.

Pri líniovej metóde (obr. 44b) sa na určenie podielu fáz alebo iných hodnotených štruktúrnych súčastí používa vzťah $L_L = \frac{\sum L_\alpha}{L_T} = V_V$, kde L_α je súčet dĺžok náhodne orientovaných línií (čiar) s hodnotenou fázou a L_T je celková dĺžka priamky.

Pri bodovej metóde (obr. 44c) je potrebné použiť tzv. kontrolný bod, alebo 2-D bodovú testovaciu mriežku. Testovacou mriežkou môže byť stupnica v okulári alebo to môže byť mriežka nakreslená na fólii a priložená na matnicu mikroskopu, prípadne fotografie hodnotenej štruktúry. Malo by sa použiť najnižšie možné zväčšenie, avšak dostatočne veľké na zobrazenie plochy vzorky dost veľkej na umiestnenie testovacej mriežky. So znižujúcou sa veľkosťou hodnotenej plochy by sa mal zákonite zväčšovať počet meraní.

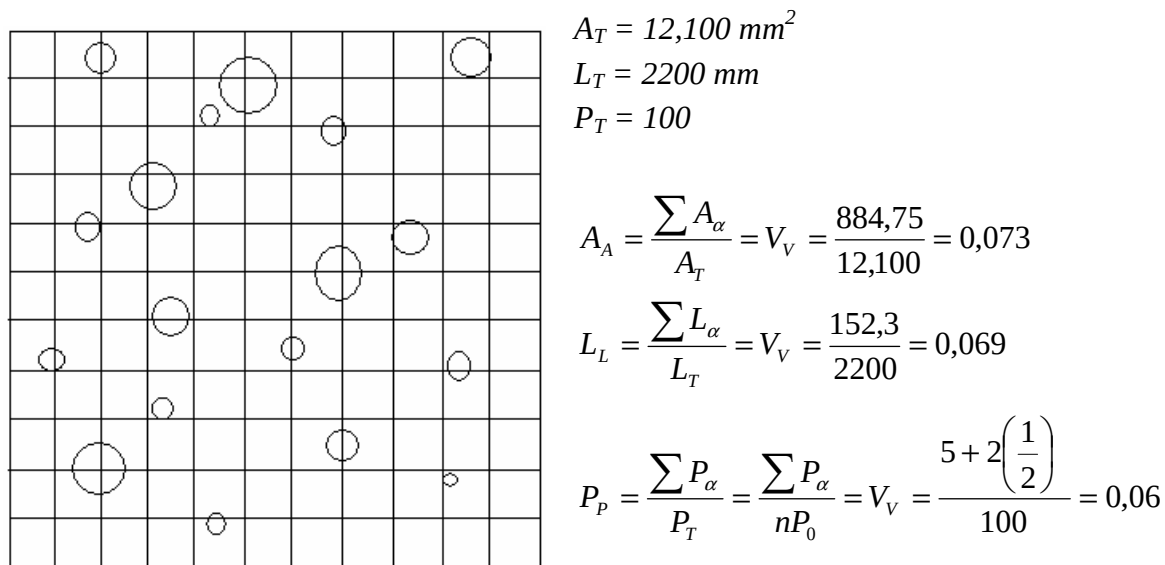
Po priložení testovacej mriežky na hodnotenú plochu sa spočíta počet bodov, ktoré pretínajú hodnotenú fázu (štruktúrna súčasť) P_α . Body, ktoré ležia v bodoch mriežky alebo na jej

hraniciach sa počítajú ako polovičná hodnota. Vzhľadom na zlú viditeľnosť samotných bodov sa vo väčšine prípadov používajú v testovacích mriežkach krížiky. V tomto prípade sa za bod mriežky považuje priesečník v strede krížika, a teda na započítanie bodu musí tento priesečník ležať v hodnotenej fáze. Samotné priamky, ktoré tieto krížiky tvoria, sú pri počítaní bodov ignorované. Na dosiahnutie relevantných výsledkov je potrebné vykonať minimálne 10 meraní a z týchto hodnôt sa následne vypočíta *hustota bodov* P_p , a to zo vzťahu

$$P_p = \frac{\sum P_\alpha}{P_T} = \frac{\sum P_\alpha}{nP_0} = V_v$$
, kde n je počet hodnotených plôch a P_0 je počet bodov (priesečníkov) na testovacej mriežke, a teda nP_0 je celkový počet bodov, ktoré boli hodnotené (nemuseli všetky pretínať hodnotenú fázu) P_T .

Obdobne môže byť hodnota P_p určená pre každú hodnotenú plochu zvlášť, kedy môžu byť hodnoty namerané pre n plôch spriemerované ako odhad objemového podielu.

Testovacie mriežky pre objektívy obsahujú väčšinou 5, 9, 16 alebo 25 systematicky rozmiestnených bodov. Testovacie mriežky nakreslené na fólii, ktorá sa prikladá na matnicu mikroskopu alebo na fotografiu, majú 16, 25, 49, 64 alebo 100 bodov. S klesajúcim počtom častíc hodnotenej fázy by sa mala voliť testovacia mriežka s väčším počtom bodov. A naopak, ak je očakávaný objemový podiel hodnotenej fázy 50 %, mala by sa pre hodnotenie použiť mriežka s menším počtom bodov, napr. 25 bodová testovacia mriežka. Zväčšenie by sa malo voliť tak, aby na jednu hodnotenú plochu bolo možné umiestniť práve jednu testovaciu mriežku. Pre hrubozrnné štruktúry by sa malo voliť malé zväčšenie ako aj testovacia mriežka s malým počtom bodov.



Obr. 45 Porovnanie výsledkov určenia podielového obsahu fázy pri použití základných troch metód

Porovnanie výsledkov určenia podielového obsahu fázy na základe použitia vyššie uvedených metód je uvedené na obr. 45.

4.2.5 Meranie veľkosti zŕn

Vzhľadom na vplyv veľkosti zrna na výsledné mechanické vlastnosti výrobku je hodnotenie veľkosti zrna najdôležitejším metalografickým meraním. Zrná by mali byť takých tvarov, aby vyplňali celý priestor materiálu a stykové plochy medzi zrnami musia spĺňať podmienku minimálnych povrchových napätí. V reálnych materiáloch však majú ich polyedrické zrná rôzne veľkosti, tvary a orientáciu. Veľkosť zŕn sa určuje na metalografických výbrusoch vzoriek. Existuje niekoľko charakteristických spôsobov určenia veľkosti zrna:

- stredná veľkosť priemeru zrna,
- stredná veľkosť plochy zrna,
- počet zŕn na jednotku plochy,
- stredná dĺžka zrna,
- počet zŕn na jednotku objemu,
- stredný priemer zrna vypočítaný z priemerného objemu zrna.

Na určovanie veľkosti zŕn sa používa niekoľko metód:

- porovnávanie s etalónmi v normách,
- určovanie veľkosti zŕn z lomovej plochy,
- Jeffriesova, Saltykova a planimetrická metóda,
- priesečníková (Heynova) metóda,
- Snyder-Graffova priesečníková metóda,
- metóda distribúcie veľkosti zŕn.

Porovnávanie s etalónmi. Veľkosť zrna je vyjadrená ako stredný priemer zrna v milimetroch alebo μm , určená pomocou Jeffriesovej metódy. Existujú etalóny ako pre železné, tak aj pre neželezné kovy a rovnako aj pre štruktúry s dvojčatami.

Vzorky sú pred samotným hodnotením vyleštené a leptané rovnako, ako je uvedené v etalóne. Systematicky by mal byť hodnotený celý povrch vzorky s dosiahnutím dostatočného počtu meraní. Z týchto hodnôt je následne vypočítaná stredná hodnota, ktorá je využitá pri ďalšom hodnotení. Ak je štruktúra hodnoteného materiálu heterogénna, mal by sa vykonať väčší počet meraní. Pri hodnotení je potrebné použiť rovnaké zväčšenie ako je uvedené v etalóne.

Pri tejto metóde hodnotenia sa porovnáva obraz v okulári mikroskopu, prípadne obraz na matnici mikroskopu s etalónom. Prvý dojem je väčšinou aj ten správny. Vždy sa na metalografickom výbruse vyskytujú zrná v určitom intervale veľkostí. Toto je zapríčinené náhodným rezom cez štruktúru, kedy zrná nie sú prerezané v rovnakej časti. Z tohto dôvodu sa dá aj homogénny materiál popísať vždy nejakou distribúciou veľkosti zŕn s určitým pomerným zastúpením zŕn jednotlivých veľkostí.

Jeffriesova metóda. Pri tejto metóde (obr. 46a) sa na metalografickom výbruse počíta počet zŕn na jednotku plochy. Na fóliu sa nakreslí kružnica s priemerom 79,8 mm, prípadne obdĺžnik s plochou 5000 mm^2 a táto sa následne priloží na matnicu mikroskopu.

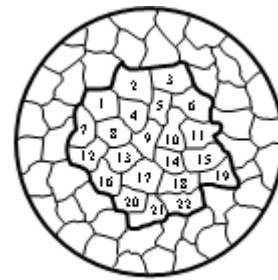
Volí sa také zväčšenie, pri ktorom sa v hodnotenej ploche nachádza aspoň 50 zŕn. Počíta sa počet zŕn v kružnici (obdĺžniku) N_1 a počet zŕn, ktoré sú kružnicou (obdĺžnikom) preťaté N_2 . Počet zŕn na jednotku plochy sa potom následne vypočíta ako $N_1 + N_2/2$ s ohľadom na dané zväčšenie vyjadrené Jeffriesovým faktorom f :



a) Jeffriesova



b) Saltykovova



c) planimetrická

Obr. 46 Metódy hodnotenia veľkosti zrna

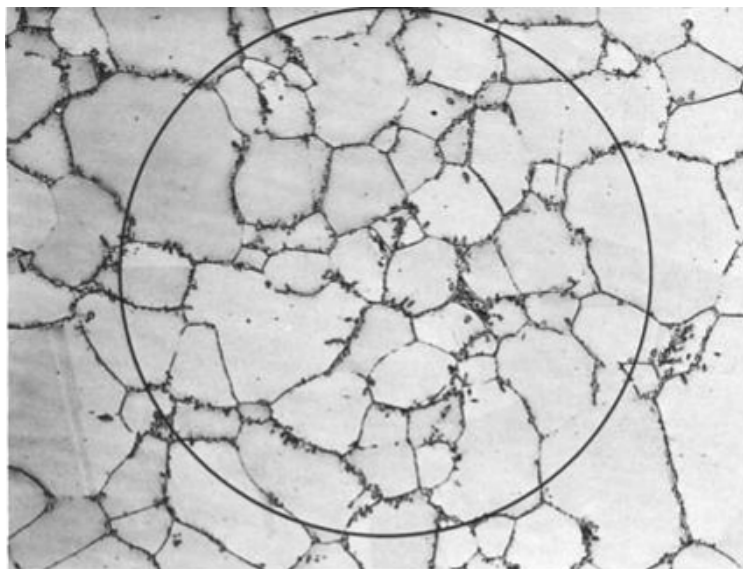
$N_A = f \left(N_1 + \frac{N_2}{2} \right)$, kde N_A je počet zrn na jednotku plochy (1 mm^2) pri zväčšení 1x.

Hodnota f pre akékoľvek použité zväčšenie M je vyjadrená rovnicou $f = \frac{M^2}{5000}$.

Stredná plocha zrna sa potom vypočíta ako $\bar{A} = \frac{1}{N_A} [\text{mm}^2]$ a následne stredný priemer zrna

ako $\bar{d} = \sqrt{\bar{A}} = \frac{1}{\sqrt{N_A}} [\text{mm}]$.

Pri hodnotení počtu zrn pomocou Jeffriesovej metódy by mal byť vykonaný väčší počet meraní s následným výpočtom strednej hodnoty. Pri meraní sa má vyhodnotiť celá plocha metalografického výbrusu. Príklad takéhoto hodnotenia je uvedený na obr. 47.



Kružnica s plochou 5000 mm^2

zväčšenie: 100 x

materiál: austenitická
mangánová oceľ po tepelnom
spracovaní

44 zrn v kružnici

25 zrn pretína kružnicu

počet zrn/ mm^2

$$N_A = \frac{100^2}{5000} \left(44 + \frac{25}{2} \right) = 113$$

Podľa ASTM veľkosť zrna:
 $G = [3,322 \cdot \log N_A] - 2,95 = 3,87$
(zaokrúhli sa na 3,9 alebo 4)

Obr. 47 Príklad určenia veľkosti zrna Jeffriesovou metódou

Saltykovova metóda. Pri Saltykovovej metóde sa počíta počet zrn vo vnútri štvorca (obr. 46b) o strane 70,7 mm alebo obdĺžnika a počet zrn preťatých stranami (okrem zrn I - IV pripadajúcich na rohy štvorca alebo obdĺžnika) a vypočíta sa podľa približného vzorca

$$N = 2(z + 0,5v - 1) [\text{mm}^{-2}],$$

kde z je počet zrn vo vnútri kružnice a v počet zrn preťatých kružnicou.

Planimetrická metóda. Pri planimetrickej metóde sa planimetrom zmeria plocha (obr. 44c), ktorá zaujíma zvolený známy počet zrn a s prihliadnutím na zväčšenie obrazu sa prepočíta

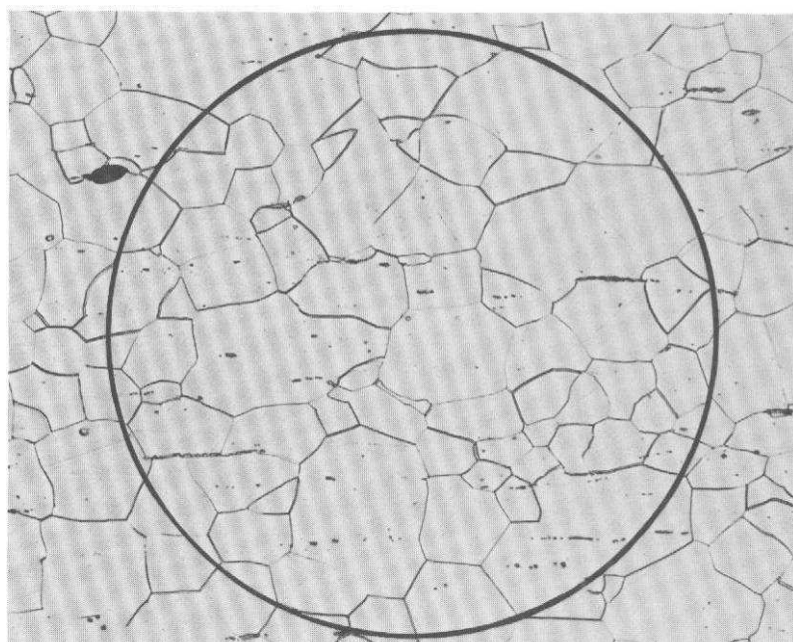
$$N = 10^4 \cdot z \cdot A^{-1} [\text{mm}^{-2}],$$

kde A je zmeraná plocha a z je zvolený počet zrn.

Metóda trojného bodu. V tomto prípade sú na ploche známej veľkosti počítané miesta styku troch zrn (trojné body). V prípade, že je zaznamenaný styk 4 zrn, toto miesto sa počíta za

2 body. Počet zrn na jednotku plochy je následne vypočítaný z rovnice $N_A = \frac{\frac{P}{A_T} + 1}{2}$, kde A_T je

veľkosť hodnotenej plochy pri zväčšení 1x. Schéma hodnotenia metódou trojného bodu a porovnanie výsledkov pri použití uvedených dvoch metód je na obr. 48



Kružnica s plochou 5000 mm²
(skutočná plocha kružnice bola vypočítaná zo vzťahu πr^2 po prepočítaní skutočného polomeru kružnice $r/500$)

zväčšenie: 500 x

materiál: nízkouhlíková oceľ

leptané: Nital

Metóda trojného bodu

$$\text{počet zrn/mm}^2 = \frac{(141/2) + 1}{0,02} = 3574$$

veľkosť zrna ASTM:

$$G = [\log(3574)/0,3] - 2,95 = 8,85 \text{ (zaokrúhli sa na 8,9 prípadne 9)}$$

Jefferiesova metóda

61 zrn v kružnici

30 zrn pretína kružnicu

$$\text{počet zrn/mm}^2 N_A = \frac{500^2}{5000} \left(61 + \frac{31}{2} \right) = 3800$$

$$\text{podľa ASTM veľkosť zrna: } G = [3,322 \cdot \log N_A] - 2,95 = 8,94 \text{ (zaokrúhli sa na 9)}$$

Obr. 48 Príklad určenia veľkosti zrna metódou trojného bodu a porovnanie s planimetrickou a priesečnickovou metódou

Heynova priesečníková metóda. Vzhľadom na to, že sa používa namiesto kružníc a obdĺžnikov ako testovacia mriežka priamka, je táto metóda rýchlejšia ako predchádzajúce s tým, že sa zachová obdobná presnosť merania. V tomto prípade je teda testovacou mriežkou úsečka alebo známa dĺžka krivky L_T , ktorá je nakreslená na fólii a priložená na fotografiu hodnotenej štruktúry alebo na matnicu mikroskopu. Táto metóda je vyslovene vhodná pre štruktúry s rôznou orientáciou zŕn, kedy sa počet prienikov zŕn s testovacou úsečkou na jednotku dĺžky N_L vypočíta priamo pre jednotku objemu S_V hraníc zŕn $S_V = 2N_L$.

Pre získanie dobrých výsledkov sa dĺžka úsečky volí tak, aby bolo na hodnotenej ploche zistených 50 až 100 prienikov zrnami P alebo ich hranicami N . V prípade, že priamka končí v zrne, jej koncový bod je počítaný za polovicu. Pre jednofázové štruktúry by mali byť hodnoty P_L a N_L rovnaké.

$$N_L = \frac{N}{L_T} \text{ a podobne } P_L = \frac{P}{L_T}, \text{ kde } L_T \text{ je celková dĺžka úsečky a } M \text{ je použité zväčšenie.}$$

Stredná dĺžka prieniku je potom $\overline{L}_3 = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L}$, pričom tento vzťah platí iba pre jednofázové

štruktúry. Veľkosť zrna sa potom vypočíta ako $G = \left[-6,6457 \log \overline{L}_3 \right] - 3,298$.

Hodnotenie veľkosti rôzne orientovaných zŕn. Pokiaľ sa jedná o štruktúru s viditeľne deformovanými zrnami, je najvhodnejšie ich veľkosť určovať priečne, pozdĺžne alebo v rovinnom smere podľa smeru deformácie. Na hodnotenie veľkosti zrna môže byť použitá ako Jeffriesova, tak aj metóda priesečníkov s tým, že priesečníková metóda je vhodnejšia. Vzhľadom na štruktúru je vhodnejšie zvoliť si ako testovaciu mriežku úsečku, ktorá však musí byť orientovaná v troch na seba kolmých smeroch:

- $N_{L,l}$ - v smere tvárnenia,
- $N_{L,t}$ - kolmo na materiál,
- $N_{L,p}$ - kolmo na smer tvárnenia.

Z týchto hodnôt sa vypočíta priemerná veľkosť zrna: $\overline{N}_L = \frac{1}{3}(N_{L,l} + N_{L,z} + N_{L,p})$, alebo sa veľkosť zrna vypočíta zo vzťahu $N_V = 0,566 N_{L,l} N_{L,z} N_{L,p}$.

Dvojfázové štruktúry. Určovanie veľkosti zrna porovnávaním s etalónmi môže byť u dvojfázových štruktúr použité iba v prípade, že veľkosť zŕn druhej zložky je podobná veľkosti zŕn matrice. Pokiaľ je množstvo druhej fázy v štruktúre malé a zároveň je táto fáza vylúčená prednostne na hraniciach zŕn primárnej fázy, je možné určiť veľkosť zŕn pomocou testovacích mriežok. V prípade, že sú rozdiely medzi veľkosťami zŕn výrazné, je možné použiť planimetrickú Jefferiesovu metódu alebo metódu priesečníkov, ktorá poskytuje dobré výsledky.

Pred hodnotením veľkosti zŕn je potrebné určiť objemový podiel fáz, ktorý sa obyčajne vykonáva počítaním bodov alebo lineárnou analýzou, kedy sa určí podiel sekundárnej fázy a podiel primárnej sa následne dopočíta. Následne je na štruktúru priložená mriežka s tromi kružnicami, prípadne iná lineárne testovacia mriežka a spočíta sa počet zŕn primárnej fázy preťatej testovacou mriežkou.

Snyder-Draffova metóda priesečníkov. Zväčšenie používané pri tejto metóde je 1000 x a vzhľadom na získanie kontrastu jednotlivých fáz musí byť hodnotená vzorka leptaná. Testovacia priamka s dĺžkou 127 mm je priložená na matnicu mikroskopu, prípadne na fotografiu štruktúry a spočíta sa počet zŕn preťatých touto priamkou a priemerná hodnota z 10

meraní je priemerná veľkosť zrna, zistená Snyder-Draffovou metódou priesečníkov. ASTM veľkosť zrna G sa potom vypočíta zo vzťahu $G = [6,635 \log(S - G)] + 2,66$, kde $S-G$ je veľkosť zrna zistená Snyder-Draffovou metódou priesečníkov.

Veľkosti zŕn môžu byť hodnotené viacerými metódami, ktorých výsledkom budú hodnoty odpovedajúce ASTM normám. Porovnávanie s etalónmi má malú presnosť, avšak je jednoduché a postačujúce pre základné hodnotenie materiálu. Lineárnou metódou sa dosahujú presnejšie výsledky a doba trvania takéhoto hodnotenia je obdobná dobe trvania precízneho hodnotenia porovnávaním s etalónmi. Hodnotenie lineárnou metódou je rýchlejšie a možno povedať, že je o niečo málo presnejšie ako hodnotenie pomocou Jeffriesovej metódy. Metóda priesečníkov je vhodnejšia pre meranie veľkosti zrna dvojfázových štruktúr, duplexných a rôzne deformovaných štruktúr. Jej ďalšou výhodou je aj to, že počet prienikov zŕn a testovacej mriežky je priamo závislý od objemového povrchu zŕn v materiáli. Univerzálnosť tejto metódy je v možnosti použitia rôznych typov testovacích mriežok.

4.2.6 Hodnotenie inklúzií

Inklúzie musia byť kvôli ich výraznému vplyvu na vlastnosti a správanie materiálu dôkladne analyzované a vyhodnotené. Bežne sa inklúzie delia na exogénne a endogénne. Exogénne sa do materiálu dostávajú z okolia, napr. z trosky alebo výmurovky pece. Naproti tomu endogénne vznikajú v tekutom kove pri chemických procesoch.

Podľa veľkosti je možné deliť inklúzie na makroskopické a mikroskopické. Vo všeobecnosti sa dá povedať, že endogénne inklúzie majú po stuhnutí kovu po odlievaní priemer menší ako 100 μm . Exogénne inklúzie sú väčšinou makroskopické, avšak môžu byť aj mikroskopických rozmerov.

Mikroskopické metódy používané pri hodnotení inklúzií sú:

- porovnávanie s etalónmi,
- počítanie,
- určenie objemového podielu.

Metalografické hodnotenie inklúzií zahŕňa kvantifikáciu ich množstva, veľkosti, tvaru a ich typov. Pre presnosť merania by mali byť všetky inklúzie identifikované na základe ich chemickej analýzy a adekvátne rozdelené do skupín, ktoré budú následne hodnotené.

Porovnávanie s etalónmi. Táto metóda je najjednoduchšou a zároveň aj najrozšírenejšou. Existujú etalóny ilustrujúce rozdielne typy, veľkosti, množstvá a rozloženie inklúzií. Samozrejme existujú iba základné kombinácie týchto charakteristík a každý etalón je práve pre jeden typ inklúzií, aj keď v hodnotenom poli ich môže byť viac, a preto sa počíta s určitou subjektívnosťou merania.

Existuje niekoľko faktorov ovplyvňujúcich výsledky získané porovnávacou metódou:

- deformácia inklúzií a plasticita pri tvárnení za tepla;
- množstvo, poloha a orientácia vzoriek;
- príprava vzoriek;
- použité zväčšenie a rozlíšenie;
- veľkosť hodnotenej plochy a veľkosť hodnotenej vzorky;
- výber hodnotených plôch.

Tvárniteľnosť inklúzií je faktor, ktorý musí byť pri ich hodnotení zohľadnený. Pri tvárnení za tepla dochádza k deformácii tvárniteľných inklúzií, zatiaľ čo nedeformovateľné krehké inklúzie sú usporiadané do prerušovaných vzorov. Nie je možné popísať všetky možné vzory, v ktorých môžu byť inklúzie usporiadané. Etalóny obsahujú fotky ingotov po valcovaní určitých rozmerov, väčšinou okolo 102 až 152 mm². Materiály, u ktorých došlo k väčšej plastickej deformácii (plechy, drôty), je náročné hodnotiť podľa etalónov.

Pri hodnotení treba postupovať systematicky, pričom sa vzorky odoberajú z vrchnej a spodnej časti ingotu, prípadne ešte aj z jeho stredovej časti. Kvôli odhadu stupňa deformácie inklúzií sa vyleštené výbrusy hodnotia v stredovej časti kolmo na os tvárnenia. Objemový podiel inklúzií môže byť ovplyvnený rovinou rezu a leštenia. Zväčšenie používané pri hodnotení je väčšinou 100 x, čím sa zabezpečí dostatočne veľká hodnotená plocha, ako aj celková plocha vzorky.

Pri hodnotení sa hodnotí plocha určitej veľkosti. Toto hodnotenie môže byť kvalitatívne, kedy sa berú do úvahy iba najhoršie miesta, alebo kvantitatívne, kedy sa počítajú inklúzie na všetkých hodnotených plochách.

Hodnotenie inklúzií pomocou porovnávania s etalónmi, ktoré sú uvedené v norme, je možné vykonať dvomi postupmi. Prvým je hodnotenie iba najhorších miest na vzorkách, kedy sa vypočítajú priemerné hodnoty pre každú vzorku. Pri druhej metóde sú hodnotené všetky inklúzie na vzorkách na zvolených plochách. Následne sú namerané hodnoty usporiadané do tabuľky, pričom sumarizujú údaje o počte plôch pre každý typ, hrúbku inklúzií a ich možný negatívny vplyv.

Pri hodnotení exogénnych inklúzií je potrebné použiť iné metódy, ako napr. ultrazvuk. V prípade endogénnych inklúzií je pravdepodobnosť nájdenia najhoršieho miesta po tvárnení za tepla veľmi malá. S nárastom počtu vzoriek rastie aj veľkosť hodnotenej plochy a zvyšuje sa kvalita hodnotenia najhorších miest.

Ostatné metódy hodnotenia. JIS G 0555 je označenie pre japonskú bodovú metódu, pri ktorej sa používa testovacia mriežka s 20-timi horizontálnymi a vertikálnymi priamkami. Hodnotenie sa vykonáva aspoň na 30-tich náhodných miestach, avšak preferuje sa 60 miest na vzorke. Odporúčané je 400-násobné zväčšenie a počítané sú prieniky bodov testovacej mriežky s inklúziami. Následne sa vypočíta percentuálna plocha, ktorú inklúzie zaberajú

$$d = \frac{n}{pf} \times 100$$
, kde d je stupeň čistoty v %, n je počet prienikov bodov testovacej mriežky a inklúzií, p je celkový počet bodov testovacej mriežky a f je počet hodnotených plôch.

Metódy na určenie podielu inklúzií sú kvantitatívne a dosahuje sa nimi vysoká presnosť, avšak na vysvetlenie a popis dosiahnutých výsledkov je potrebný zložitý opis. Napríklad celkový objemový podiel nie je takou informáciou ako objemový podiel oxidov a sulfidov a neposkytuje informácie o deformácii týchto častíc, prípadne o ich zhľukoch, atď. Dĺžka oxidickej blany má vplyv na vlastnosti ložiskových ocelí a je teda potrebné jej určenie.

Tvárniteľnosť inklúzií. Ocele pre zlepšenie ich obrábatelnosti majú vysoký obsah MnS. Metodika hodnotenia týchto inklúzií spočíva v meraní pomeru dĺžky k hrúbke týchto inklúzií v ingotoch, predvalkoch alebo tyčiach, t. j. v rôznych štádiách procesu tvárnenia.

Počiatočný kruhový tvar inklúzie sa počas tvárnenia za tepla mení na elipsovitý s pomerom dĺžky k hrúbke ($\lambda = b/a$), ktorá je konštantná pre plochy kolmé na smer tvárnenia. Pomer pre inklúzie v smere tvárnenia sú následne porovnané so zmenami tvaru výrobku počas procesu tvárnenia. Zmeny tvaru produktu sú následne prepočítané, pričom tento prepočet sa odvíja od

plochy prierezu ingotom x a plochy prierezu tvárneného výrobku y , $h = \frac{x^{3/2}}{y^{3/2}}$, kde h je pomer

zmenšenia pre oceľový výrobok. Táto hodnota je následne porovnaná s λ pre inklúzie a získa sa tak relatívna plasticita inklúzie voči oceli, t. j. deformovateľnosť inklúzií v pomere k oceli

$v = \frac{2 \log \lambda}{3 \log h}$. Menšie hodnoty v znamenajú menšiu tvárnosť inklúzií ako ocele.

0 znamená, že inklúzia sa nedeformuje a 1 znamená, že sa deformuje rovnako ako tvárnený materiál.

Hodnotenie obsahu inklúzií je v niektorých prípadoch problematické. Je to spôsobené veľkým počtom typov inklúzií, ich relatívne nízkym obsahom a premenlivosťou ich výskytu. Vďaka svojej jednoduchosti a presnosti sú často pre ich hodnotenie používané práve testovacie mriežky. V mnohých prípadoch sú tieto používané ako základná informácia pre akceptáciu alebo vyradenie výrobku. Výsledky poskytujú dostatočné informácie o popise a prítomnosti inklúzií. Údaje získané kvantitatívnymi metódami sú síce presnejšie ako porovnávanie s etalónmi, avšak ich aplikácia pre hodnotenie výrobkov je náročnejšia. Určenie objemového podielu inklúzií je síce nápomocné, avšak na charakterizáciu inklúzií sú potrebné ďalšie hodnotenia. Tieto problémy pri meraniach a hodnoteniach by sa mohli odstrániť pri použití programov pre analýzu obrazu.

Hodnotenie na základe dĺžky hodnotiacej úsečky. Určenie dĺžky úsečky na jednotku plochy L_A , na základe počtu prienikov hodnotenej fázy s testovacou úsečkou P_L , je možné určiť pomocou rovnice $L_A = \frac{\pi}{2} P_L$.

Na určenie počtu prienikov hodnotenej fázy s testovacou úsečkou sa používajú priamky ako aj krivky takej dĺžky, aby náhodne pretínali štruktúru, pričom môžu byť nekonečne dlhé alebo prerušované. Ako testovacie mriežky sa tiež používajú súosové kružnice alebo špirály.

Celková dĺžka priamky na jednotku objemu môže byť určená podľa nasledovného vzťahu $L_V = 2P_A$. Princíp metód používajúcich testovacie úsečky spočíva v zistení počtu prienikov testovacej úsečky s rovinou hodnotenia cez vzorku a vyjadrí sa z hľadiska rovinatej plochy.

4.2.7 Vzďialenosť hodnotených štruktúrnych súčastí

Stredná vzdialenosť a stredná vzdialenosť stredov častíc. Pri hodnotení štruktúry vytvrdenej nespojitými časticami druhej fázy je ich stredná vzdialenosť λ strednou vzdialenosťou medzi časticami, t. j. stredná vzdialenosť medzi všetkými možnými dvojicami častíc. Na metalografickom výbruse je možné merať trojdimenzionálnu vzdialenosť častíc. Takýmto spôsobom meraná stredná vzdialenosť častíc nie je závislá od ich veľkosti, tvaru a ani ich distribúcie.

Gensamer a kol. merali strednú vzdialenosť nakreslením priamky na fotografiu štruktúry, pričom merali vzdialenosti medzi jednotlivými časticami. Výslednú hodnotu strednej vzdialenosti častíc prepočítali ako strednú hodnotu z 250 meraní pre jednu vzorku.

Fullman odvodil rovnicu pre výpočet vzdialenosti častíc (od okraja častice po okraj susednej častice) pre dvojfázové štruktúry $\lambda = \frac{1-V_V}{N_L}$, kde V_V je objemový podiel častíc sekundárnej fázy a N_L je počet častíc na jednotku dĺžky. Stredná vzdialenosť stredov dvoch častíc σ je

potom prevrátenou hodnotou N_L . Stredná dĺžka priesečníkov častíc sekundárnej fázy je potom $\overline{L}_3 = \sigma - \lambda$.

Medzilamelárna vzdialenosť. Určenie medzilamelárnej vzdialenosti je vzhľadom na zmeny štruktúry materiálu (perlitické kolónie) a vplyv orientácie rezu cez materiál pri príprave metalografických vzoriek veľmi náročné. Skutočnú hrúbku lamiel je možné zistiť iba ak je rez na lamelárnu štruktúru kolmý.

Najlepším spôsobom, akým je možné určiť skutočnú vzdialenosť medzi lamelami, je použitie náhodného merania na metalografických vzorkách. Na zistenie skutočných rozmerov je potrebné vykonať merania aspoň na 15 plochách.

Stredná vzdialenosť lamiel $\overline{\sigma}_r$ sa zmeria priložením testovacej mriežky (úsečky) na hodnotenú plochu vo všetkých možných smeroch. Celkový počet prienikov testovacej mriežky a hodnotených lamiel je následne vydelený skutočnou dĺžkou použitej úsečky a získa sa hodnota N_L . Stredná vzdialenosť hodnotených lamiel sa potom vypočíta zo vzťahu $\overline{\sigma}_r = \frac{1}{N_L}$. Táto metóda má tú výhodu, že hodnota N_L priamo súvisí s pomerom plošného/objemového podielu hodnotenej fázy S_V .

Saltykov preukázal, že pre perlit s rovnakou hrúbkou lamiel vo vnútri každej perlitickej kolónie je stredná vzdialenosť lamiel $\overline{\sigma}_t = \frac{\overline{\sigma}_r}{2}$. Tento vzťah však nie je všeobecne aplikovateľný, hoci výsledky dosahujú vysokú presnosť.

4.2.8 Hodnotenie tvaru častíc

Určenie tvaru v prípade objektov, ktoré majú tvar základných geometrických útvarov ako sú guľa, kocka, elipsoid alebo tyč, nie je náročné. Problémy nastávajú v prípade častíc s morfológiou odlišnou od týchto základných geometrických tvarov. Ďalším problémom pri metalografickom hodnotení je metalografický rez, pri ktorom dochádza k náhodnému rozrezaniu hodnotených častíc, a celé hodnotenie je iba dvojdimenzionálne.

Priamymi metódami na určenie tvaru sú postupné rezanie, hodnotenie v dvoch na seba kolmých rezoch, röntgenové snímky, pozorovanie počas elektrolytického rozpúšťania, TEM hodnotenie tenkých fólií alebo REM hodnotenie hlboko leptaných vzoriek. Avšak tieto metódy neumožňujú kvantitatívny popis tvaru hodnotených fáz. Hodnotenie tvaru je aplikované na mnohé rôzne problémy: grafit, zrná, sedimenty, minerály, prášky, atď. Vzhľadom na veľký vplyv na mechanické vlastnosti grafitických liatin bola veľká pozornosť venovaná hlavne popisu častíc grafitu, pričom bolo vytvorených veľa etalónov na popis grafitických častíc z hľadiska veľkosti, tvaru a rozloženia.

V prípade vločkového grafitu sa ako tvarový faktor používa pomer plošného podielu grafitu k druhej mocnine jeho obvodu. Druhým spôsobom, akým je možné vyjadriť tvarový faktor, je vydeliť plochu grafitickej častice plochou jej opísanej kružnice. Čím je táto hodnota vyššia, tým sa tvar častice grafitu viac blíži k tvaru kruhu.

Hausner použil na hodnotenie tvaru častíc 3 spôsoby. V prvom prípade pri popise tvaru častice túto časticu obkreslil štvoruholníkom, pričom pomer dlhšej strany ku kratšej hovoril o pretiahnutí častice. V druhom prípade pri hodnotení masívnosti častíc vydelením veľkosti plochy hodnotenej častice veľkosťou plochy obkresleného štvoruholníka. Tretím spôsobom na určenie tvarového faktoru SF bolo vydelenie druhej mocniny obvodu častice L_p hodnotou

4 π A. Výsledný vzorec na výpočet tvarového faktoru je $SF = \frac{(L_p)^2}{4\pi A}$. Pre kruh je hodnota tvarového faktoru $SF = 1$ a pre menej kruhovitú časticu táto hodnota narastá. Vo väčšine prípadov sa však používa tento vzťah obrátene, a potom sú výsledkami hodnoty od 0 po 1, pričom hodnote 1 prislúcha častica tvaru dokonalého kruhu.

Fischmeister zaviedol *premenlivý nepriamy tvarový faktor*, ktorý je závislý iba od dvojrozmerného tvaru častice a je nezávislý od jej objemového podielu, veľkosti alebo rozdielov veľkostí častíc. Rovnica pre výpočet takéhoto tvarového faktora je $SF = \frac{2}{3\pi} \frac{(P_L)^2}{V_V N_A}$,

kde P_L je počet priesečníkov na dĺžku testovacej čiary, V_V je podiel meranej fázy a celkového objemu a N_A je podiel počtu priesečníkov a celkovej plochy.

Tvarový faktor pre kruhové častice je 1 a narastá s komplikovanosťou tvaru hodnotenej častice.

V prípade pórovitej štruktúry je potrebné použiť počítanie dotykových bodov, kedy je po vlnovkovej trajektórii posúvaná úsečka danej dĺžky s jednotnou orientáciou a je počítaný počet dotykových bodov na jednotku plochy $\overline{T_A}$, ktorá sa dotýka plôch s kladným a negatívnym zakrivením. Tvarový faktor sa potom vypočíta podľa nasledujúceho vzťahu

$$SF = \frac{4}{3\pi} \frac{(P_L)^2 V_V}{(\overline{T_A^+} - \overline{T_A^-})}.$$

4.2.9 Analýza pomocou programov pre obrazovú analýzu

Analýza obrazu výrazne rozšírila použitie kvantitatívnych metód pri hodnotení mikroštruktúrnych charakteristík materiálov. Znížila sa únavnosť meraní vykonávaných manuálne a skrátil sa čas meraní, čo umožňuje širšie využitie štatistických metód, ktoré sú používané počítačovými programami.

Pri použití programov pre analýzu obrazu sa zvýšili nároky na prípravu vzoriek a voľby vhodného zväčšenia, avšak v niektorých prípadoch nie je potrebné, prípadne môže byť až nežiadúce leptanie hodnotených vzoriek.

Príprava vzoriek a použitá metóda musí zaistiť dostatočný kontrast hodnotených súčastí, čo je spojené s princípom metódy, ktorá spočíva v hodnotení odtieňov sivej farby obrazu. Merané častice sú na obraze naprahované, a teda sa musia od svojho okolia líšiť stupňom sivej (pri čiernobielym zobrazení). Počítačový program je založený na meraní naprahovaných plôch pozostávajúcich z bodov, ktoré následne porovnáva s ostatnými bodmi obrazu. Preto je dôležité farebné rozlíšenie meraných častíc a okolitej plochy.

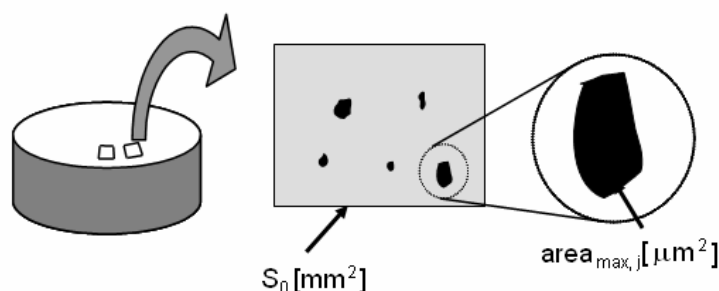
Problémom pri použití počítačových programov je aj veľkosť hodnotených častíc, ktoré majú byť naprahované a zmerané. Preto ani v tomto prípade nie je meranie úplne automatické a v mnohých prípadoch je vhodné naprahovanie obrazu a zvolenie zväčšenia závislé opäť na hodnotiteľovi. Úplne automatizované programy sa používajú iba pri hodnotení jednoducho identifikovateľných a rozlíšiteľných častí.

Častice, zrná a iné štruktúrne súčasti je možné hodnotiť jednotlivo ale aj celkovo na ploche, pričom väčšina programov pre analýzu obrazu poskytuje aj základné štatistické hodnotenia nameraných údajov.

4.2.10 Hodnotenie častíc a defektov pomocou najväčších extrémnych hodnôt

Pri tomto hodnotení je zo vzorky odrezaná časť, kolmá na os hlavného zaťaženia. Hodnotenie je vykonané na vyleštenom neleptanom metalografickom výbruse. Ako prvá je určená hodnotená plocha (alebo kontrolovaná plocha) S_0 [mm²] s daným rozmerom. Vo všeobecnosti je vhodné zvoliť rozmer obrázku z mikroskopu približne rovnaký, ako je veľkosť hodnotenej plochy S_0 . Na tejto ploche S_0 je z prítomných defektov vybraný defekt najväčšej veľkosti, určí sa jeho plocha (napr. digitálnou obrazovou analýzou) a následne sa vypočíta druhá odmocnina plochy $\sqrt{area_{max}}$ tohto defektu.

Táto operácia sa opakuje n -krát, t. j. na metalografickom výbruse sa hodnotí n plôch s veľkosťou S_0 , pričom na každej sa odmeria plocha najväčšieho defektu, ktorý sa na nej vyskytuje, a získame tak veľkosti n najväčších defektov na celej ploche hodnotenej vzorky. Schéma metodiky postupu merania je uvedená na obr. 49. Hodnoty $\sqrt{area_{max,j}}$ sú následne vzostupne zoradené, kde $j = 1, 2, \dots, n$, pričom platí vzťah $\sqrt{area_{max,1}} \leq \sqrt{area_{max,2}} \leq \dots \leq \sqrt{area_{max,n}}$.



Obr. 49 Schéma metodiky postupu merania podľa Murakamiho

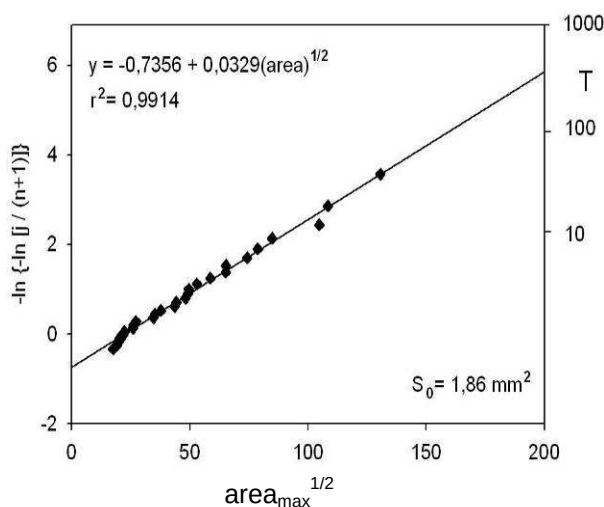
Kumulatívna distribučná funkcia F_j [%] a jednoduchý výber y_j sú potom vypočítané z rovníc $F_j = j \times 100 / (n + 1)$ [%] a $y_j = -\ln\{-\ln[j / (n + 1)]\}$. Z takto získaných hodnôt sa zostrojí grafická závislosť, kde na osi x je vynesená $\sqrt{area_{max,j}}$, zatiaľ čo na os y sú vynášané hodnoty dané buď rovnicou F_j alebo y_j .

Získané údaje sú následne analyzované Gumbelovým rozdelením. Pri použití Gumbelovej distribúcie sa predpokladá, že body vynesené do grafu budú ležať na jednej priamke alebo v jej tesnej blízkosti (obr. 50) - podmienka linearít. Sklon regresnej priamky, preloženej týmito bodmi, je vyjadrený parametrami Gumbelovho rozloženia λ a δ , ktorých hodnoty sa dajú vypočítať pomocou metódy najmenších štvorcov.

Vzťah medzi parametrami Gumbelovho rozloženia λ a δ a koeficientmi regresnej priamky, popisujúcej vynesenú grafickú závislosť je nasledovný $y = -\ln(-\ln(j / (n + 1))) = b[0] + b[1](area)^{1/2}$, kde $\delta = 1/b[1]$ a hodnota $\lambda = -b[0]/b[1]$.

Linearita ako aj nelinearita údajov vynesných do grafu dáva informáciu o vhodnosti, prípadne nevhodnosti použitia Gumbelovej distribúcie a je jednoduchým spôsobom pre porovnanie rôznych súborov dát. Cez grafickú závislosť jednoduchého výberu y_j a $\sqrt{area_{max,j}}$ môže byť preložená priamka. Lineárna distribúcia maximálnej veľkosti defektov

môže byť vyjadrená rovnicou $\sqrt{area_{max}} = a \cdot y + b$, kde $y = -\ln\{-\ln[(T-1)/T]\}$ a $T = S/S_0$, kde T predstavuje periódu návratu, S je predikovaná plocha a S_0 je hodnotená plocha.



Obr. 50 LEVD graf pre hodnotenie inklúzií v oceli

Ak je možné bodmi grafu preložiť priamku, tak to znamená, že distribúcia je dvojnásobne exponenciálna, a to v tvare takom, ako je požadované štatistickou metódou extrémov. Nelinearita $F < 10\%$ alebo $F > 85\%$ nie je pri hodnotení zohľadňovaná.

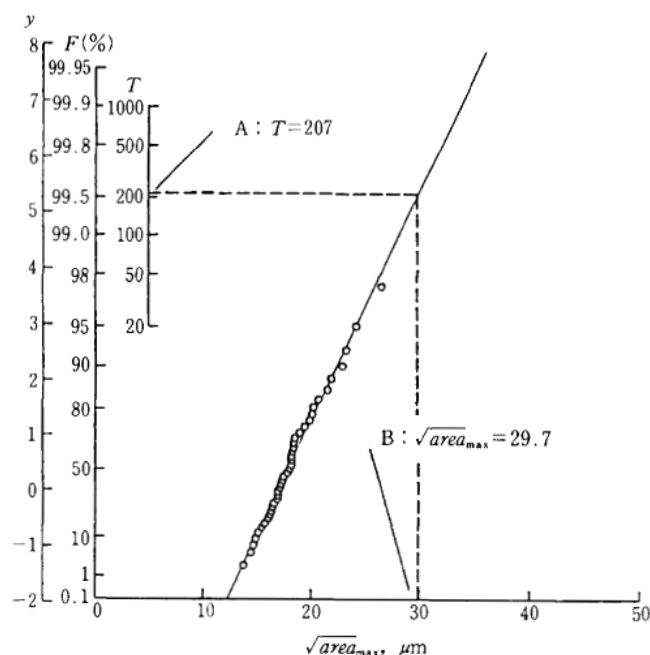
Po nahradení $S = 1 \text{ mm}^2$ a 100 mm^2 do rovnice $T = S/S_0$ sa vypočítajú pre tieto dve plochy S dve hodnoty T a $\sqrt{area_{max}}$. Predpokladané hodnoty $\sqrt{area_{max}}$ pre $S = 1 \text{ mm}^2$ a 100 mm^2 môžu byť použité na porovnanie kvality materiálov vo vzťahu k defektom bez ohľadu na použitie rôznych hodnôt S_0 .

Predikcia maximálnej veľkosti inklúzií. Na obr. 50 je ukázaný graf štatistiky extrémov ocele so stredným obsahom uhlíka z údajov získaných popísaným postupom. V tab. 4 sú predikované veľkosti $\sqrt{area_{max}}$ obsiahnuté v ploche $S = 1 \text{ mm}^2$ a $S = 100 \text{ mm}^2$. Priamka v grafe znázorňuje vzťah medzi jednoduchým výberom y a $\sqrt{area_{max}}$. Tento vzťah je vyjadrený rovnicou priamky.

Čiarkovaná čiara na obr. 51 znázorňuje postup na určenie $\sqrt{area_{max}}$ pre $S = 100 \text{ mm}^2$. Bod A znázorňuje periódu návratu pre $S = 100 \text{ mm}^2$. Z bodu A je vedená horizontálna čiara a následne je v jej priesečníku s priamkou (A) spustená kolmica na os x. Hodnota $\sqrt{area_{max}}$ je následne odčítaná na x-ovej osi (bod B). Táto hodnota na osi je predikovaná veľkosť $\sqrt{area_{max}}$, ktorej výskyt je očakávaný na ploche $S = 100 \text{ mm}^2$. Táto grafická metóda je ekvivalentná s dosadením $S = 100 \text{ mm}^2$ do rovnice priamky (A), t. j. najprv do rovnice $T = S/S_0$, kde sa vypočíta perióda návratu a následným dosadením periódy T do rovnice $y = -\ln\{-\ln[(T-1)/T]\}$ sa vypočíta jednoduchý výber y a dosadí sa do rovnice $\sqrt{area_{max}} = a \cdot y + b$.

Aplikácia Murakamiho štatistickej metódy a LEVD na hodnotenie pórovitosti. Pre štatistické hodnotenie pórovitosti boli použité dve sady po 5 vzoriek zo silumínov (zliatiny Al-Si) rozdelených podľa použitého modifikátora. Základná zliatina pre výrobu vzoriek bola

rovnaká. Charakteristická pórovitosť hodnotená na metalografických výbrusoch vzoriek je dokumentovaná na obr. 52. V závislosti od distribúcie a výskytu defektov bolo na výbruse každej metalografickej vzorky vykonaných 40 až 60 meraní.



Hodnotená plocha: $S_0 = 0,482 \text{ mm}^2$

Počet hodnotení: $n = 40$

distribúcia maximálnej inklúzie

$$\sqrt{\text{area}_{\max}} = 2,389 \times y + 16,96$$

predikovaná plocha: $S (\text{mm}^2)$

perióda návratu: $T = S/S_0$

kumulatívna distribučná funkcia:

$$F = (T-1)/T \times 100(\%)$$

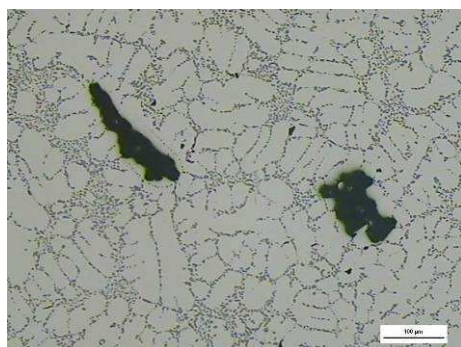
jednoduchý výber:

$$y = -\ln[-\ln\{(T-1)/T\}]$$

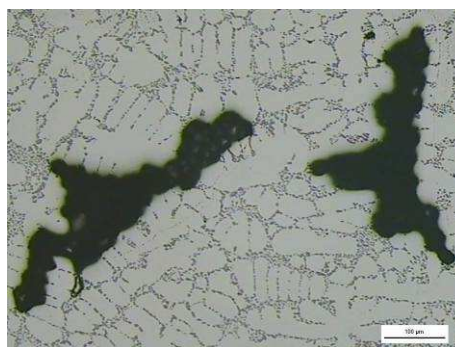
predikcia $\sqrt{\text{area}_{\max}}$

$S (\text{mm}^2)$	T	$\sqrt{\text{area}_{\max}} (\mu\text{m})$
1	3,07	19,2
100	207	29,7

Obr. 51 Predikcia maximálnej veľkosti inklúzie z grafu štatistiky extrémov



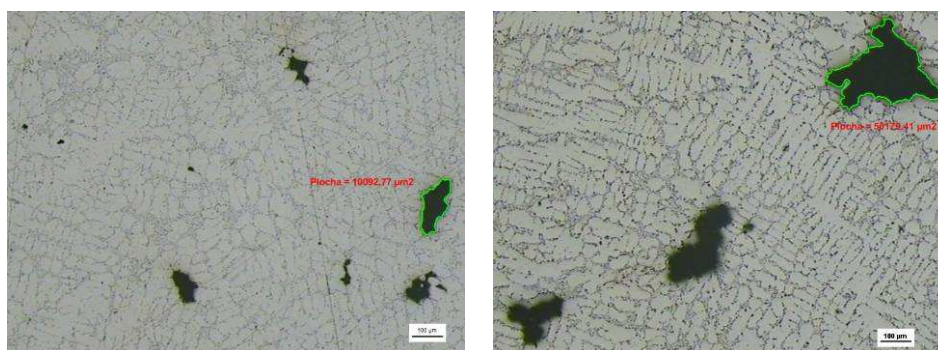
sada A



sada B

Obr. 52 Charakteristické defekty v silumíne

Na hodnotených plochách s veľkosťou $S_0 = 1,86 \text{ mm}^2$ bola pomocou programu pre analýzu obrazu pri zväčšení 50 x vždy odmeraná plocha najväčšieho defektu, obr. 53.

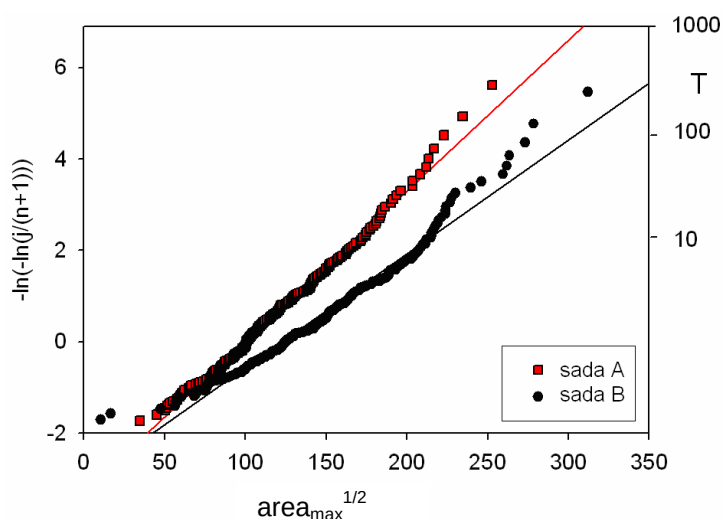


sada A

sada B

Obr. 53 Meranie veľkosti najväčšieho defektu

Takto namerané hodnoty boli zoradené od najmenej po najväčšiu a bola z nich vypočítaná druhá odmocnina plôch najväčších defektov, ktorá slúžila ako charakteristický rozmer defektov použitý pre štatistické hodnotenie. Ku každej hodnote veľkosti najväčšieho defektu bola vypočítaná hodnota jednoduchého výberu y .



Obr. 54 LEVD graf

Vypočítané hodnoty veľkostí najväčších defektov boli následne vynesené do LEVD grafu v závislosti od hodnôt jednoduchého výberu, obr. 54.

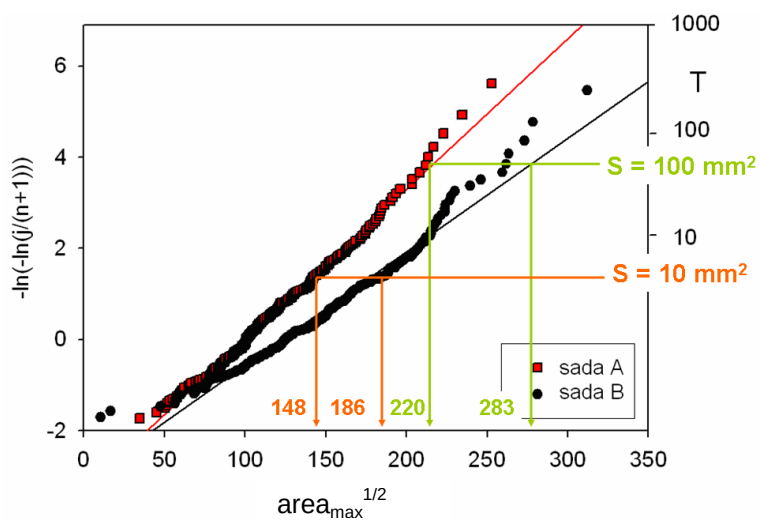
Zo sklonu regresných priamok preložených vyneseními hodnotami na obr. 55 vyplýva, že defekty namerané na vzorkách zo sady A mali menšiu veľkosť ako defekty zistené vo vzorkách zo sady B.

Pomocou koeficientov získaných z rovníc regresných priamok sa potom dajú prepočítať veľkosti defektov, ktoré by sa mohli vyskytovať v reálnych súčiastkach s plochou S väčšou ako bola hodnotená plocha. Veľkosti defektov predikované pre hodnotený materiál sú uvedené v tab. 4.

Tab. 4

Predikované veľkosti najväčších defektov pre $S_0 = 1,86 \text{ mm}^2$

sada A	meraná $\text{area}_{\max} [\mu\text{m}^2]$	T	y	sada B	meraná $\text{area}_{\max} [\mu\text{m}^2]$	T	y
S10	147,9	5,37	1,580875	S10	186,4	5,37	1,580875
S100	220,5	53,76	3,975221	S100	282,6	53,76	3,975221
S1000	290,6	537,63	6,286248	S1000	375,4	537,63	6,286248



Obr. 55 LEVD graf - odčítanie veľkosti defektov

Na základe predikovaných veľkostí defektov sa dá predpokladať únavová životnosť, ktorú je materiál schopný dosiahnuť.

5 Metalografická analýza vybraných materiálov

Pre metalografickú analýzu boli vybrané základné mikroštruktúry zliatin železa s uhlíkom a z neželezných kovov liate zliatiny na báze zliatin Al-Si (silumíny).

Vlastná analýza mikroštruktúry svetelným mikroskopom poskytuje tieto základné charakteristiky:

- počet koexistujúcich fáz a štruktúrnych zložiek (fázy sú súčasne aj štruktúrne zložky, ale štruktúrna zložka nie je fáza a je zložená z dvoch alebo viacerých fáz);
- pomerné množstvo fáz a štruktúrnych zložiek;
- morfológiu fáz;
- rozmery jednotlivých fáz;
- spôsob vzájomného vylúčenia fáz;
- štruktúrnu rovnorodosť;
- stavbu a vlastnosti hraníc medzi fázami.

Štruktúrnu analýzu uskutočňujeme na základe nasledujúcich údajov o analyzovanom materiáli, ktorými sú:

- chemické zloženie,
- technologický postup spracovania,
- základné mechanické vlastnosti.

Vo všetkých druhoch technických zliatin železa bežnej čistoty je prítomný uhlík. Jeho vplyv na vlastnosti zliatin sa prejavuje podstatne výraznejšie než vplyv ostatných, bežne prítomných prvkov. Rovnovážne stavy technických zliatin železa s uhlíkom popisujú sústavy železa s uhlíkom. V týchto rovnovážnych diagramoch môžeme podľa obsahu uhlíka vymedziť niekoľko koncentračných oblastí s charakteristickými štruktúrnymi súčasťami, v ktorých sa menia vlastnosti zliatin v závislosti od zmeny podielu prítomných štruktúrnych zložiek.

Vlastnosti zliatin železa s uhlíkom sú dané množstvom a morfológiou (tvarom) prítomných štruktúrnych zložiek. Technické zliatiny železa s uhlíkom rozdelíme do niekoľkých skupín.

Uhlíkové ocele sa podľa obsahu uhlíka delia na:

- a) podeutektoidné,
- b) eutektoidné,
- c) nadeutektoidné.

Biele liatiny sa delia na:

- a) podeutektické,
- b) eutektické,
- c) nadeutektické.

Grafitické liatiny sa podľa tvaru grafitu delia na:

- a) liatiny s lupienkovým grafitom (sivá liatina),
- b) liatiny s červíkovitým grafitom,
- c) liatiny s guľôčkovým grafitom (tvárna liatina),
- d) temperované liatiny.

Podľa obsahu C ich môžeme rozdeliť na podeutektické, eutektické a nadeutektické.

5.1 Základné mikroštruktúry uhlíkových ocelí

Feritické ocele. Ocele s obsahom C nižším ako 0,02 % sú označované ako veľmi mäkké uhlíkové ocele feritické s terciárnym cementitom. Mikroštruktúra uhlíkových ocelí s veľmi nízkym obsahom uhlíka je tvorená polyedrickými zrnami feritu a lokalitami terciárneho cementitu, ktorý sa vylučuje v dôsledku zníženia rozpustnosti uhlíka vo ferite (obr. 56a). Terciárny cementit, ktorý je možné štruktúrne rozlíšiť iba pri veľkom zväčšení, sa vylučuje na hraniciach feritických zŕn, kde dochádza k zdvojeniu (zhrubnutiu) hraníc týchto zŕn, predovšetkým potom na miestach styku hraníc troch zŕn.

Podeutektoidné ocele. Ocele s obsahom uhlíka nad 0,02 % po koncentrácii eutektoidného bodu majú štruktúru tvorenú feritom a perlitom. Terciárny cementit ako štruktúrne voľný nie je pozorovateľný, nakoľko kryštalizuje na cementit v perlite. Pri pomalom ochladzovaní závisí vzájomný pomer oboch štruktúrnych zložiek od obsahu uhlíka v oceli. Obsah uhlíka v oceli je možné orientačne určiť pomocou pákového pravidla v rovnovážnom diagrame Fe-Fe₃C, alebo odhadom z pozorovanej metalografickej vzorky. Obsah feritu a perlitu môžeme určiť alebo pomocou pákového pravidla podľa obsahu C, alebo kvantitatívnymi metódami.

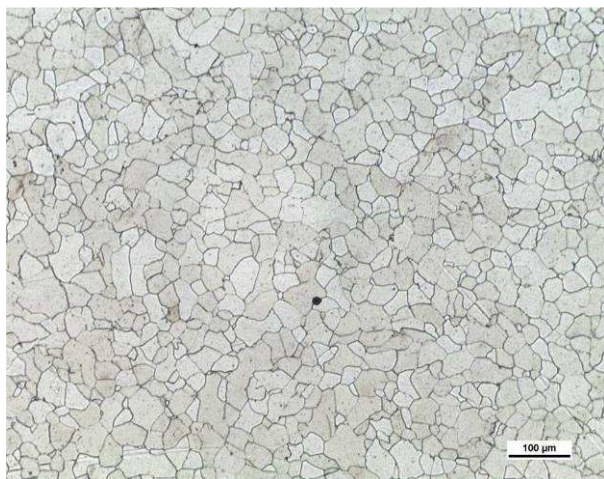
Podľa výrobných technológií a obsahu uhlíka môže byť usporiadanie oboch štruktúrnych zložiek rozdielne. U liatych ocelí s nízkym obsahom uhlíka (~ 0,2 %) zrná perlitu tvoria uzavreté sieťovce. U tvárnených ocelí je ferit a perlit rozložený v tvare pravidelných polyedrických zŕn s rovnomerným rozložením oboch štruktúrnych zložiek. Pri nízkom obsahu uhlíka (~ 0,1 %) je štruktúra ocele tvorená prevažne feritom a perlit tvorí len tmavšie ostrovčeky, obvykle na rozhraní troch feritických zŕn. So zvyšujúcim sa obsahom uhlíka perlitických zŕn pribúda (obr. 56b). Oceľ s asi 0,4 % C má v štruktúre približne rovnaký podiel feritu a perlitu. Všetky tieto ocele podľa pomeru feritu a perlitu označujeme ako feriticko-perlitické. U ocelí s vyšším obsahom uhlíka je štruktúra označovaná ako perliticko-feritická (obr. 56c), pričom v oceliach s obsahom vyšším ako 0,65 % C býva ferit vylúčený v tvare sieťovca (obr. 56d) a u ocelí tesne podeutektoidných je feritické sieťovce veľmi jemné a nesúvislé.

V závislosti od chemického zloženia (od ~ 0,4 % C), teploty a rýchlosti chladnutia môže byť ferit vylúčený v tvare ihlíc (dosiek), ktoré rastú smerom od hraníc pôvodných austenitických zŕn a toto usporiadanie označujeme ako Widmanstättenova štruktúra.

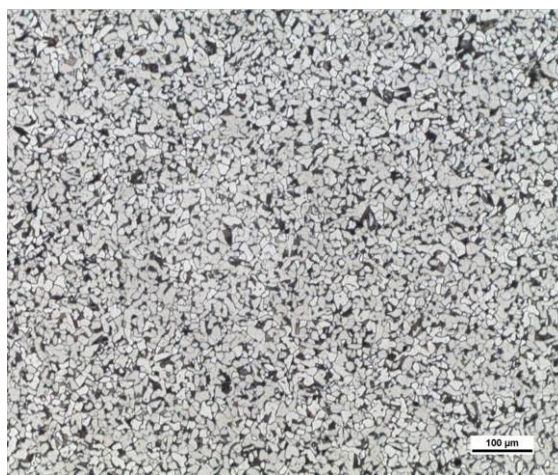
Eutektoidné ocele. Mikroštruktúra eutektoidnej ocele je tvorená len lamelárnym perlitom (obr. 56e). Pri leptaní výbrusu je tvrdá cementitická fáza menej napádaná leptadlom a vystupuje nad naleptané feritické lamely. Vyčnievajúce lamely cementitu pri osvetlení vrhajú tieň, takže zrno perlitu sa javí ako striedajúce sa svetlé a tmavé lamely. Vzdialenosť lamiel je rôzna a závisí jednak od podmienok prekryštalizácie, jednak od orientácie lamiel oboch fáz k rovine výbrusu. Rôzne sfarbenie perlitu je dané rozlišovacou schopnosťou použitého objektívu a vzdialenosťou a orientáciou lamiel k rovine výbrusu.

Nadeutektoidné ocele. Mikroštruktúra je tvorená zrnami lamelárneho perlitu a sekundárnym cementitom, ktorý je vylúčený na hraniciach pôvodných austenitických zŕn a tvorí sieťovce (obr. 56f). S rastúcim obsahom uhlíka sa pozvoľna zväčšuje sieťovce sekundárneho cementitu, až vytvorí súvislú obálku okolo perlitických zŕn. Pri obsahu C ~ 2 % sa sekundárny cementit vylučuje v určitých kryštalografických rovinách a pozorujeme ho ako hrubé biele ihlice rastúce z hraníc pôvodne austenitických zŕn smerom do perlitického zrna.

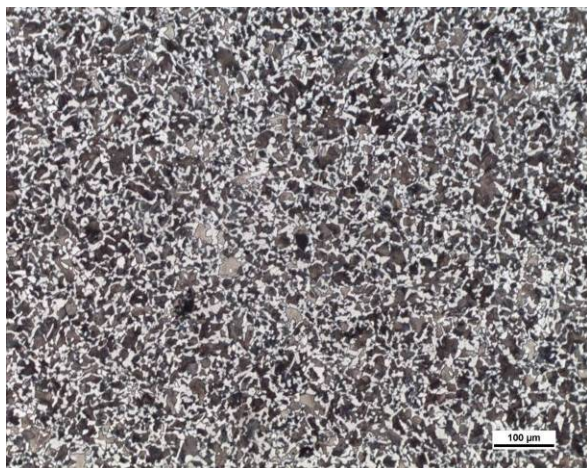
Pri hodnotení štruktúr ocelí sa najčastejšie používa pozorovanie v svetlom poli (obr. 57a), kde ferit je svetlý a perlit tmavý. Niekedy je vhodné využiť zobrazenie v tmavom poli (obr. 57b),



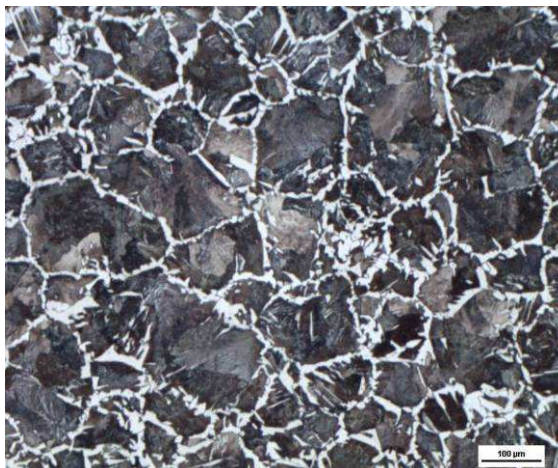
a) veľmi mäkká nízkouhlíková oceľ feritická s terciárnym cementitom s 0,02 % C



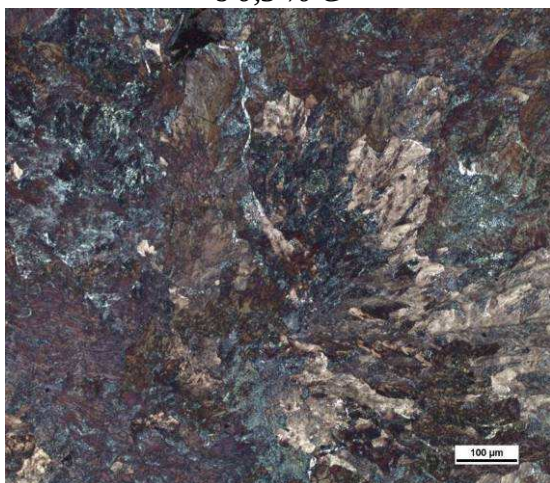
b) feriticko-perlitická podeutektoidná oceľ s 0,25 % C



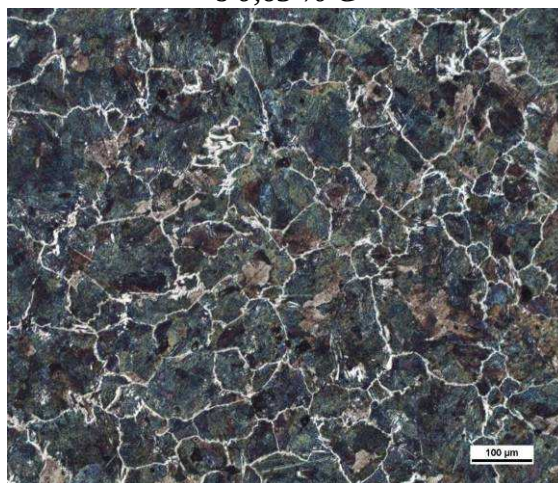
c) podeutektoidná perliticko-feritická oceľ s 0,5 % C



d) podeutektoidná perliticko-feritická oceľ s 0,65 % C



e) eutektoidná oceľ s perlitickou štruktúrou s 0,76 % C



f) nadeutektoidná oceľ perlitická so sekundárnym cementitom s 1,5 % C

Obr. 56 Mikroštruktúry uhlíkových ocelí, lept. 3 % Nital, svetlé pole

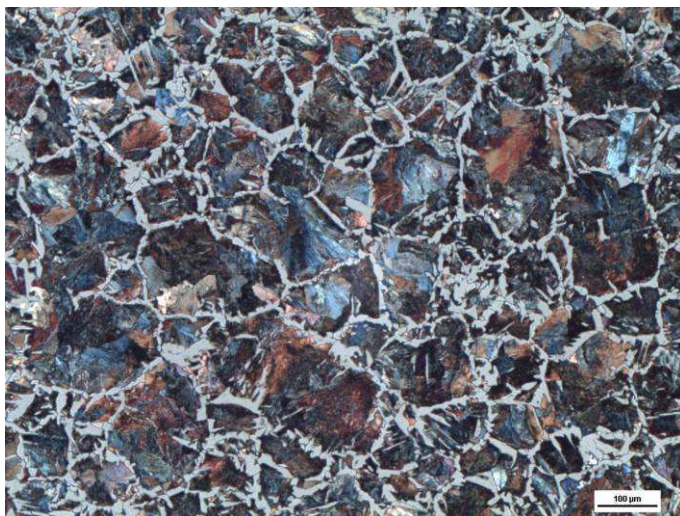
kedy ferit pozorujeme ako čierny. Pozorovanie štruktúry ocele v polarizovanom svetle (obr. 57c) umožní zvýšiť rozlíšiteľnosť a pri detailnejšom zväčšení je výhodnejšie pre hodnotenie vzdialenosti lamiel perlitu.



a) svetlé pole - ferit je biely

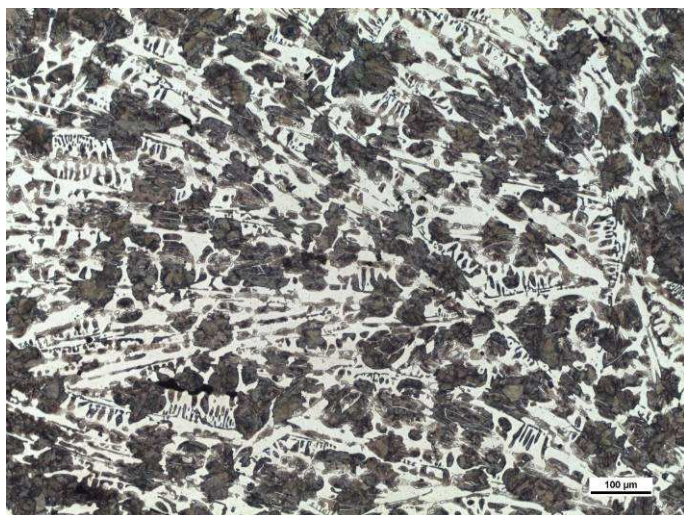


b) tmavé pole - ferit je čierny

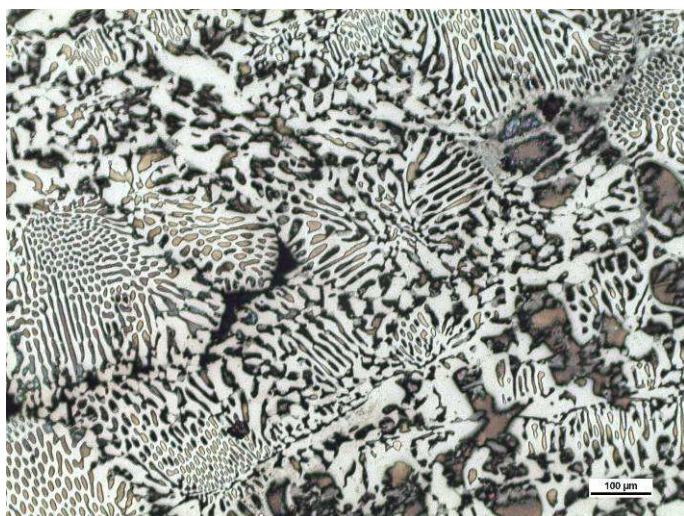


c) polarizované svetlo - rôzne zafarbenie perlitických zŕn súvisí s rôznou orientáciou lamiel v perlitickom zrne, a následne aj voči rovine výbrusu

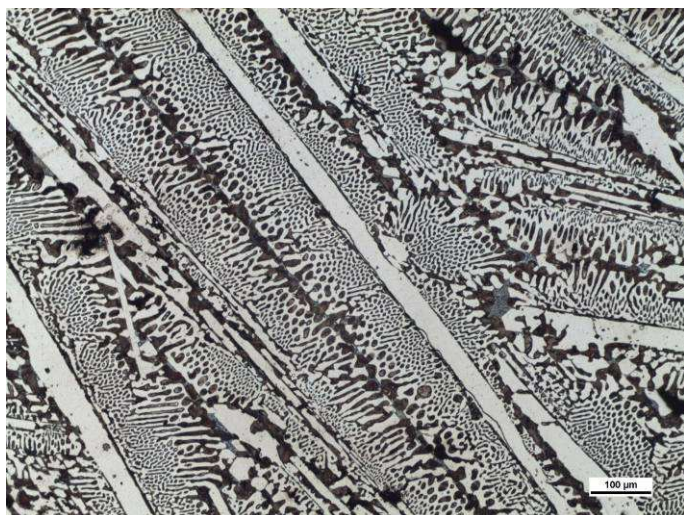
Obr. 57 Podeutektoidná perliticko-feritická oceľ s 0,65 % C, lept. 3 % Nital



a) *podeutektická biela liatina*
s 3,5 % C



b) *eutektická biela liatina*
s 4,3 % C



c) *nadeutektická biela liatina*
s 5.5 % C

Obr. 58 Biele liatiny, lept. 3 % Nital, svetlé pole

Mikročistota materiálu. Pod pojmom mikročistota materiálu rozumieme obsah nekovových inklúzií v štruktúre danej technickej zliatiny. Inklúzie podľa svojho druhu, veľkosti, množstva a rozloženia v štruktúre v rôznej miere ovplyvňujú mechanické a technologické vlastnosti materiálu. Ich vplyv je prakticky vždy nežiaduci. Kontrola mikročistoty východiskového materiálu (predovšetkým pri výrobe niektorých súčiastok) je významnou časťou hodnotenia

metalografického výbrusu. Pri určovaní mikročistoty materiálu z metalografického hľadiska je potrebné použiť tú časť výbrusu, ktorá reprezentuje priemerné znečistenie ocele. V súčasnej dobe existuje niekoľko metód klasifikácie mikročistoty materiálu, z nich najbežnejšie sú porovnávacie metódy, založené na porovnávaní pozorovaného neleptaného výbrusu s normovanou stupnicou inklúzií pre zv. 100 x.

Náročnou úlohou je určenie druhu inklúzií na základe mikroskopického pozorovania. Základné druhy inklúzií možno rozlíšiť na výbruse pozdĺžneho rezu tvárneného polotovaru podľa ich zafarbenia a tvaru, ktorý majú rozdielny v dôsledku rôznej plasticity. Sulfidy sú pri teplotách tvárnenia plastické, a sú preto pretiahnuté v smere tvárnenia, kremičitany sú poloplastické, vzhľadom sa podobajú na sulfidy. Hlinitany sú tvrdé a krehké, pri tvárnení sa drobia a v tvárnenom polotovare sú usporiadané do riadkov v smere tvárnenia. Globulitické oxidy a nitridy bývajú rozptýlené v celom objeme.

5.2 Štruktúra bielych liatin

Podeutektická biela liatina. Mikroštruktúra (obr. 58a) je tvorená oblasťami premeneného (prekryštalizovaného) ledeburitu (je tvorený perlitom a ledeburitickým a sekundárnym cementitom), dendriticky usporiadaného perlitu a sekundárneho cementitu, vylúčeného na okrajoch perlitu (na pôvodných hraniciach austenitických zŕn).

Eutektická biela liatina. Pri teplote okolia tvorí štruktúru premenený ledeburit, ktorý má v základnej bielej cementitickej hmote uložené tmavé ostrovčeky lamelárneho perlitu (obr. 58b).

Nadeutektická biela liatina. V štruktúre pozorujeme premenený ledeburit a v ňom uložené hrubé biele ihlice primárneho cementitu (obr. 58c).

5.3 Štruktúra grafitických liatin

Grafitické liatiny sú zliatiny železa s uhlíkom ($\% C > 2 \%$) a ďalšími sprievodnými prvkami, ktorých štruktúra zodpovedá aspoň čiastočne stabilnej rovnováhe. V grafitických liatinách prebieha eutektická reakcia v podmienkach stabilnej rovnováhy a vzniká tak grafitické eutektikum.

Základným kritériom pre rozdelenie grafitických liatin je tvar vylúčeného grafitu, podľa ktorého ich rozdeľujeme na liatiny s lupienkovým grafitom, liatiny s červíkovitým grafitom a liatiny s guľôčkovým grafitom. Medzi grafitické liatiny zaradujeme aj liatiny temperované (s vločkovým grafitom), v ktorých grafit vzniká grafitizáciou cementitu v tuhom stave (vyrábajú sa tepelným spracovaním - temperovaním - bielych liatin).

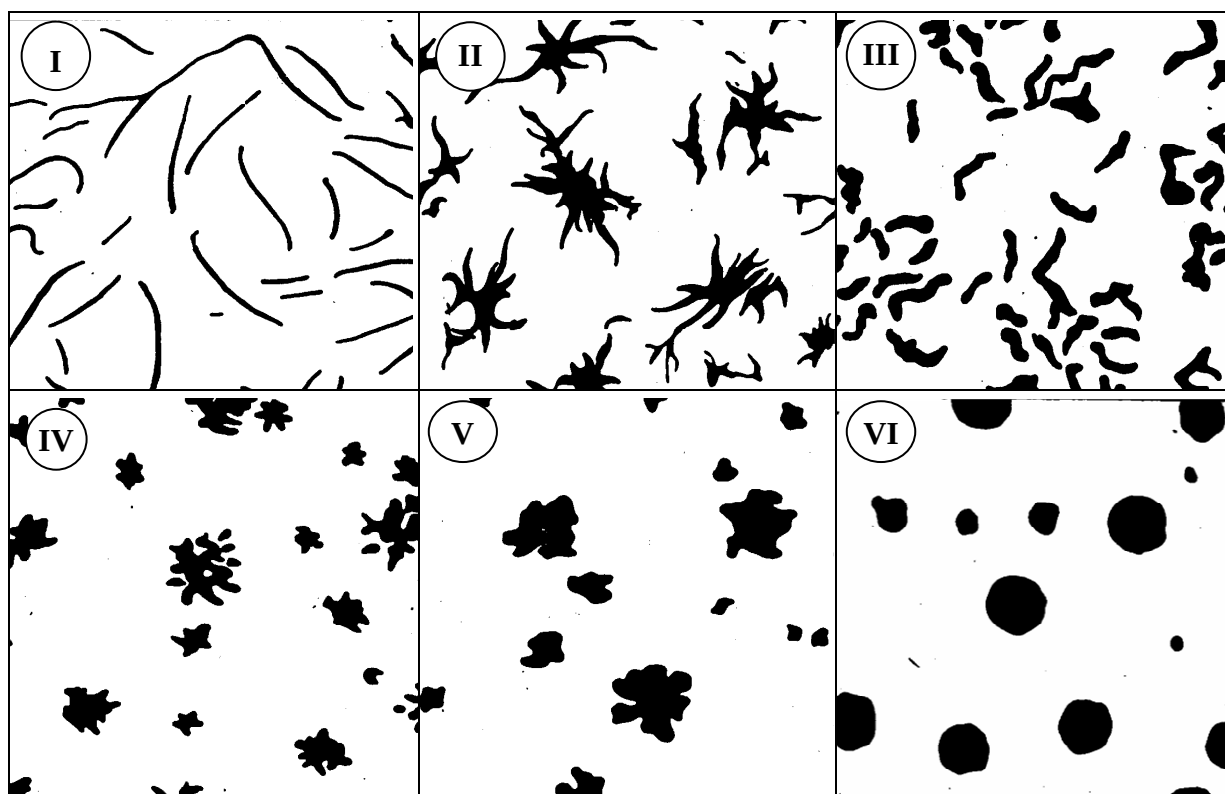
Na vlastnosti grafitických liatin má vplyv ako tvar, množstvo, veľkosť a rozloženie grafitu, tak aj štruktúra základnej kovovej hmoty (matrice). Štruktúru grafitických liatin je preto treba posudzovať z oboch týchto hľadísk. Pre hodnotenie metalografickej štruktúry grafitických liatin platí norma STN 42 0461, ktorá obsahuje etalóny liatin, spôsob hodnotenia štruktúry a opis štruktúry.

Hodnotenie tvaru grafitu. Grafit sa môže v liatinách vylúčiť v podstate v ľubovoľnom tvare medzi dvoma krajnými formami, ktoré sú lupienkový a pravidelne guľôčkový grafit. Vo všetkých prípadoch ide o rezy priestorovými útvarmi s rôznym stupňom rozvetvenia.

V súlade s ISO 945-2975 predpisuje STN 42 0461 hodnotenie tvaru grafitu podľa 6 druhov (obr. 59): I - lupienkový, II - pavúčkovitý, III - červíkovitý, IV - vločkový, V - nedokonalé

guľôčky (nedokonale zrnitý), VI - pravidelné guľôčky (pravidelne zrnitý). Obdobné zahraničné normy alebo medzinárodné normalizačné dokumenty používajú podobné rozdelenie. Rozdiely sú v členení lupienkového grafitu alebo nedokonale guľôčkového grafitu na viac druhov. Tieto rozdiely vyplývajú z odlišného prístupu k výberu etalónov prechodových tvarov grafitu. Obsiahnuť všetky tvarové alternatívy grafitu v etalónoch je prakticky nemožné. Je preto vhodné vychádzať z relatívne jednoduchého členenia, ktoré zabezpečí jednotné názvoslovie a poskytne základné charakteristiky, a tam, kde to výskumné, vývojové alebo iné úlohy vyžadujú, doplniť podrobný opis a dokumentáciu špecifických detailov.

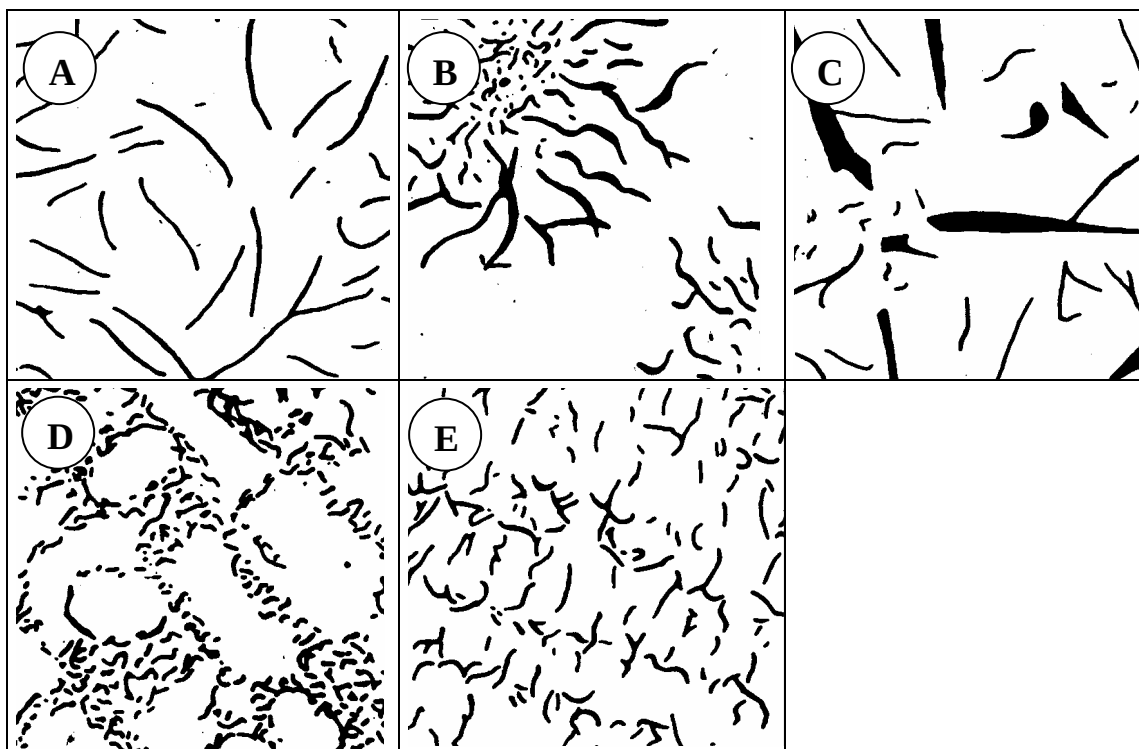
Norma predpisuje ako hodnotiť tvar (aj ďalšie charakteristiky) grafitu na neleptaných výbrusoch pri 100-násobnom zväčšení. Charakteristické rysy tvarov I, III, VI sú zjavné a ich identifikácia nie je problémová. Grafit V sa vyskytuje častejšie v nedokonale modifikovaných liatinách s guľôčkovým grafitom, grafit IV je základným tvarom predovšetkým v temperovaných liatinách.



Obr. 59 Etalóny tvarov grafitu podľa STN 42 0461

Hodnotenie rozloženia grafitu. Hodnotenie rozloženia grafitu sa dotýka len liatin s lupienkovým grafitom. STN 42 0461 rozoznáva 5 druhov rozloženia lupienkového grafitu (obr. 60): A - rovnomerné, B - ružicovité, C - zmiešané, D - medzidendritické neusmernené, E - medzidendritické usmernené. Z poznatkov o kryštalizácii liatin je zjavné, že rozloženie B je charakteristické pre liatiny eutektického zloženia, rozloženie C pre liatiny nadeutektického zloženia (hrubý primárny a jemný eutektický grafit) a rozloženia A, D, E pre podeutektické liatiny, pričom medzidendritické rozloženie súvisí s nízkym stupňom eutektickosti (veľký podiel dendritov primárneho austenitu) a s väčším podchladením (rozvetvenosť dendritov). Nejasnosti pri hodnotení vznikajú pri rozlíšení ružicovitého rozloženia do mimoriadne veľkých ružíc (subjektívne býva nesprávne hodnotené ako A alebo C).

Niektoré zahraničné normy obsahujú viac druhov rozloženia grafitu, ale rozloženie grafitu z hľadiska vzťahu štruktúra - vlastnosti je významom nepodstatné v porovnaní s tvarom, množstvom a veľkosťou grafitu. V liatine s guľôčkovým grafitom poznáme dve základné alternatívy vylúčenia degenerovaného disperzného grafitu: *interkryštalické* (v priestoroch medzi bunkami guľôčkového grafitu) a *intrakryštalické* (vo vnútri samostatných eutektických buniek). Pre intrakryštalický grafit sa bežne používa označenie pseudoeutektický grafit alebo Chunky-grafit. Tento typ grafitu sa najčastejšie objavuje v liatinách modifikovaných KVZ (kovmi vzácnych zemín). V liatine s červíkovitým grafitom sa nachádza alebo v samostatných mikrolokalitách alebo v zmesi s červíkovitým grafitom. Chunky-grafit má niektoré odlišné morfológické znaky ako lupienkový alebo červíkovitý grafit, ktoré sa však nedajú definovať pomocou svetelnej mikroskopie. V prípade vhodnej voľby množstva modifikátora sa dosahuje vylúčenie grafitu v červíkovitej forme.



Obr. 60 Etalóny spôsobov rozloženia lupienkového grafitu podľa STN 42 0461

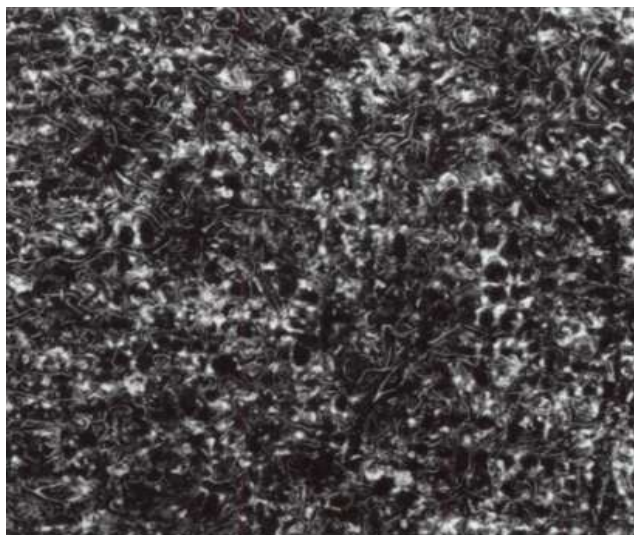
Hodnotenie veľkosti grafitu. Pri hodnotení veľkosti grafitu podľa etalónov sa zaraďuje veľkosť grafitu do určitého veľkostného intervalu. STN 42 0461 obsahuje etalóny 8 veľkostných tried lupienkového grafitu a 6 veľkostných tried guľôčkového grafitu. Kritériom je dĺžka lupienku alebo priemer guľôčky. V prípade lupienkového grafitu ide o dĺžky rezov vetvami priestorového útvaru, preto dĺžka lupienku charakterizuje rozmer týchto vetví, nie samotného útvaru eutektickej bunky (obr. 61). Eutektické bunky v liatinách s lupienkovým grafitom sú dobre identifikovateľné po leptaní pikrátom sodným (obr. 61b). Veľkosť útvarov červíkovitého grafitu sa podľa normy STN 42 0461 nehodnotí. Veľkosť útvarov vločkového grafitu sa hodnotí podľa etalónov platných pre guľôčkový grafit.

Štruktúra matrice. V grafitických liatinách v liatom stave môže byť matrica tvorená feritom, perlitom a ich kombináciou, cementitom, fosfidickým eutektikom a inklúziami. *Perlit* sa v liatinách po stuhnutí vyskytuje v lamelárnom tvare. Čím väčší je podiel perlitu v matrici a čím je menšia jeho medzilamelárna (lamely feritu a cementitu) vzdialenosť, tým vyššie sú

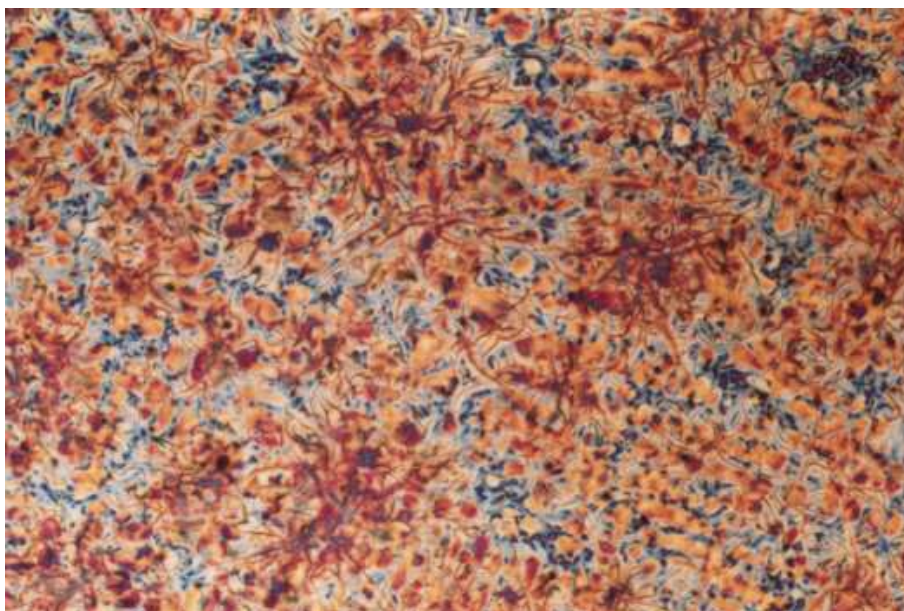
pevnostné vlastnosti (R_m , HB), a tým nižšie sú tvárne vlastnosti liatiny (ťažnosť, kontrakcia) aj húževnatosť.

Ferit v štruktúre grafitických liatin znižuje ich pevnostné vlastnosti a zvyšuje tvárne vlastnosti. Vplyvom väčšieho obsahu kremíka v liatinách je v nich ferit v podstate tuhým roztokom kremíka v α železe. Tým je zvýšená pevnosť a tvrdosť feritu, zhoršuje sa však jeho ťažnosť v porovnaní s feritom v nízkouhlíkových oceliach.

Cementit (ledeburitický) je v grafitických liatinách nežiaducou fázou, pretože zvyšuje ich tvrdosť a krehkosť a zhoršuje obrábatelnosť.



a) rozloženie fosfidického eutektika po hraniciach eutektických buniek, lept. 3 % Nital



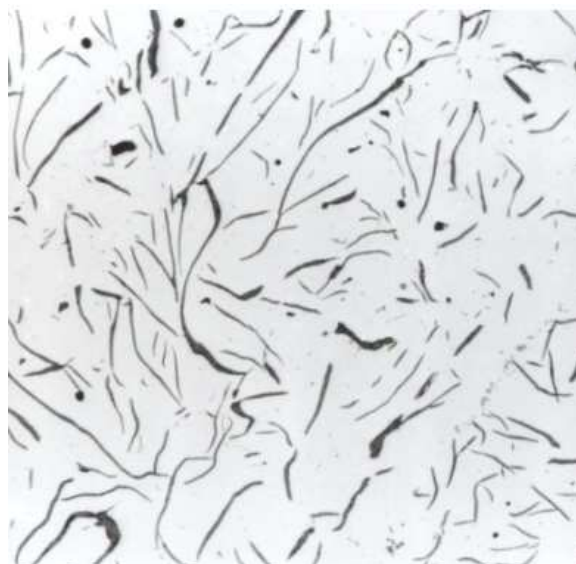
b) eutektické bunky, lept. pikrát sodný

Obr. 61 Perlitická liatina s lupienkovým grafitom, svetlé pole, zv. 25 x

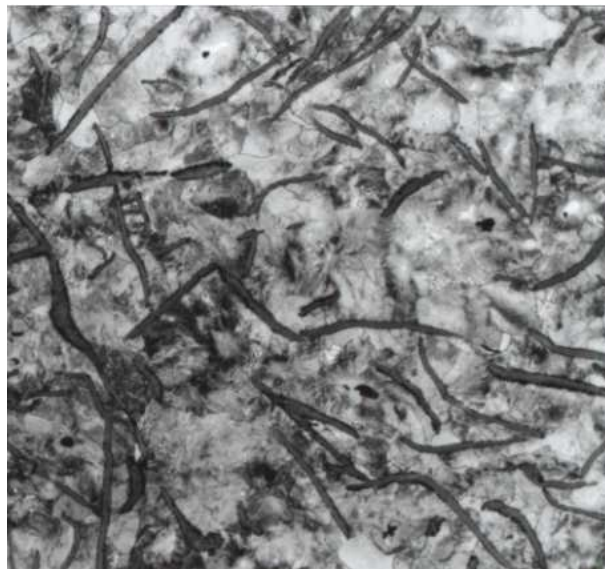
Steadit je ternárne fosfidové eutektikum ($Fe_3C + Fe_3P + Fe$). Vyskytuje sa v liatinách s vyšším obsahom fosforu (nad 0,3 %). Má nízku teplotu topenia a vylučuje sa väčšinou na hraniciach

eutektických buniek (obr. 61a), kde dochádza vplyvom odmiešania k nahromadeniu fosforu aj karbidotvorných prvkov. Steadit je tvrdá a krehká štruktúrna zložka (obr. 62c).

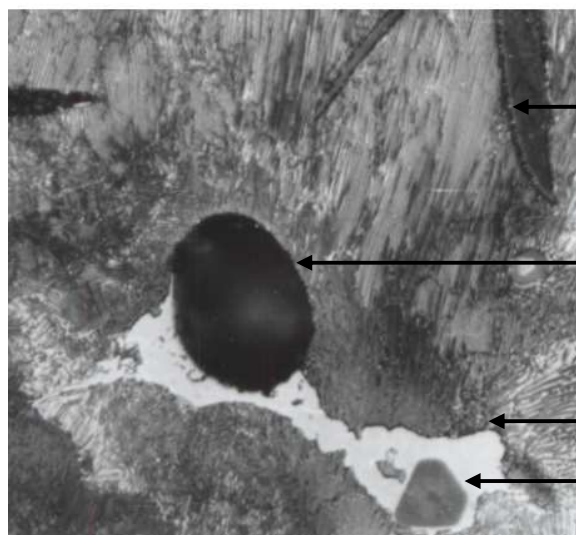
Inklúzie sa v grafitických liatinách vyskytujú (podľa chemického zloženia) v podobe oxidov, kremičitanov, hlinitanov, hlinito-kremičitanov, karbidov, karbonitridov, nitridov a sulfidov, ktoré sú najčastejšie prítomné ako MnS (obr. 62c) alebo FeS. Karbonitridy titánu sú rozlíšiteľné svojím charakteristickým tvarom - štvorčeky, prípadne trojuholníčky s prirodzeným zafarbením na neľptanom výbruse, ktoré pozorujeme ako oranžové (obr. 34).



a) lupienkový grafit I A 4, neleptané, zv. 50 x

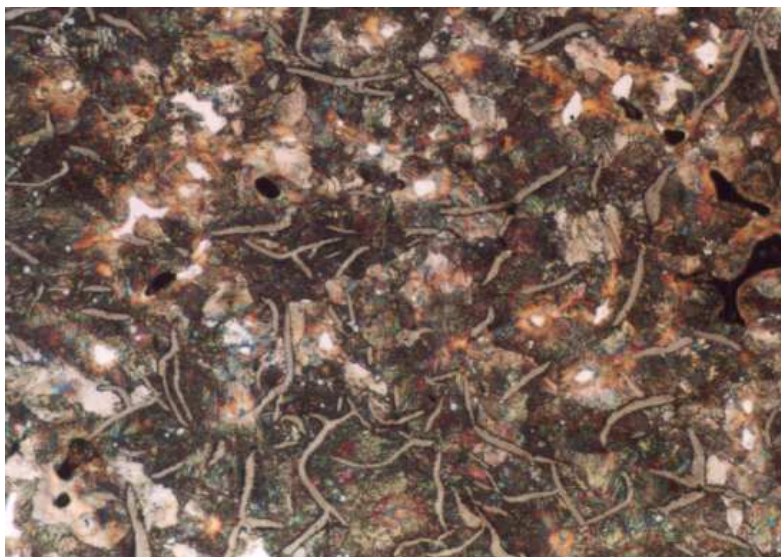


b) mikroštruktúra I A 4 - Fe 0, lept. 3 % Nital, zv. 100 x



c) detail, lept. 3 % Nital, zv. 1000 x

Obr. 62 Perlitická liatina s lupienkovým grafitom (sivá liatina)



a) fosfidické eutektikum sú biele útvary v perlite, mikrostihnutiny sú čierne, lupienkový grafit je sivý, zv. 100 x



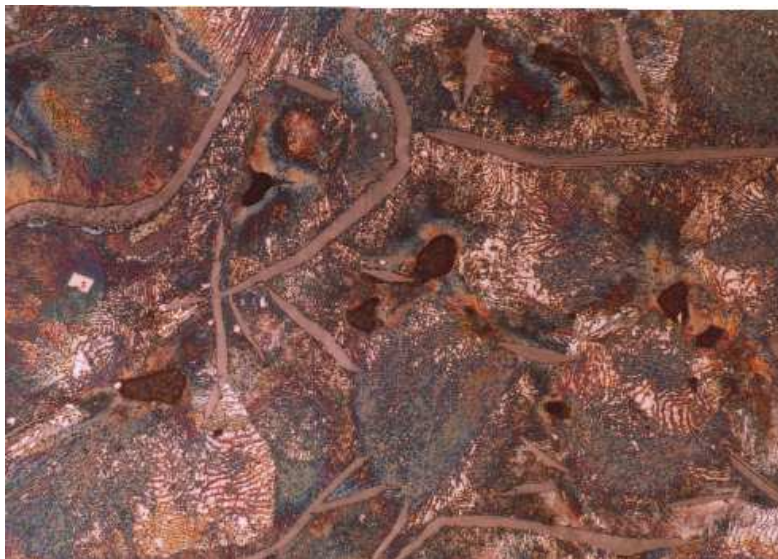
b) detail fosfidického eutektika, zv. 200 x

Obr. 63 Perlitická liatina s lupienkovým grafitom, lept. kyselina pikrová, svetlé pole



fosfidické eutektikum sú biele útvary s kontúrami výrazne odlišného chemického odmiešania

Obr. 64 Perlitická liatina s lupienkovým grafitom, lept. Klemm, svetlé pole, zv. 200x



fosfidické eutektikum sú hnedé útvary, inklúzia je biela, perlit je lamelárny

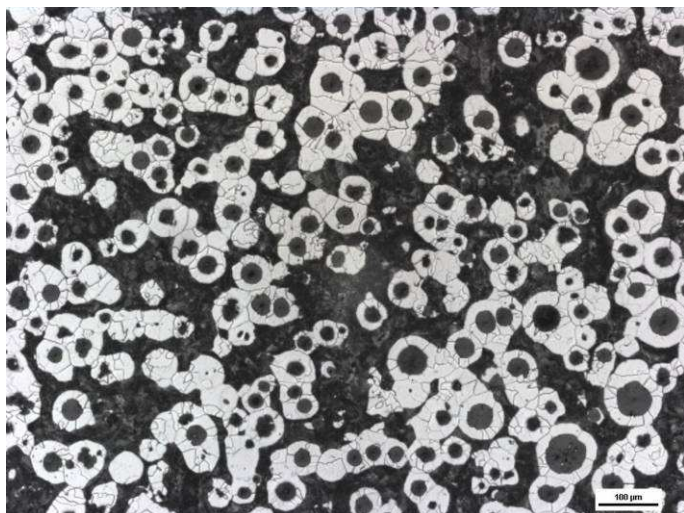
Obr. 65 Perlitická liatina s lupienkovým grafitom, lept. pikrát sodný, svetlé pole, zv. 250 x

Hodnotenie štruktúrnych súčastí matrice. Normovanými postupmi sa hodnotí obsah feritu (alebo perlitu), tvar perlitu (lamelárny, globulárny), disperzita (priemerná vzdialenosť lamiel cementitu) lamelárneho perlitu, obsah cementitu (eutektického cementitu) a veľkosť jeho útvarov (v ktorých je vylúčený) a typ, rozloženie a veľkostné charakteristiky fosfidového eutektika, pri identifikácii ktorého je možné použiť viac druhov leptadiel (obr. 63 - 65). Dost často je problematické rozlíšiť cementit a fosfidické eutektikum, pokiaľ sú obidve štruktúrne zložky v matrici vylúčené a uvedené leptadlá tieto dve štruktúrne zložky rozlíšia. Postup hodnotenia mikročistoty (inklúzií) nie je normovaný. Etalónový rad pre hodnotenie obsahu feritu alebo perlitu v matrici, uvedený v STN 42 0461, rozdeľuje matrice liatin od čisto perlitickej po čisto feritickú na 9 intervalov. Etalónový rad je prehľadný a hodnotenie podľa neho je bezproblémové, pokiaľ liatina neobsahuje väčší obsah cementitu alebo fosfidového eutektika v matrici. V takom prípade je väčšinou vhodné stanoviť podľa etalónov obsah feritu, obsah cementitu a obsah fosfidového eutektika (obsah perlitu dopočítať do 100 % a skontrolovať reálnosť hodnotenia).

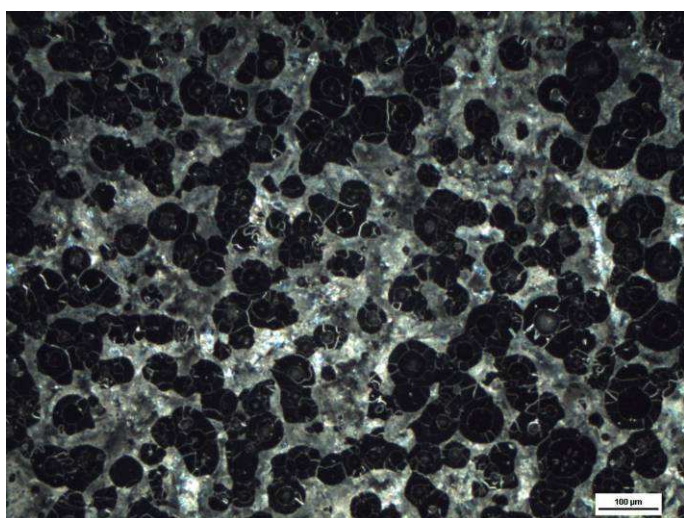
Hodnotenia podľa normy STN 42 0461. Záznam hodnotenia grafitu **IA 4** na neleptanom výbruse (obr. 62a) charakterizuje štruktúru sivej liatiny, kde grafit je lupienkový (I), rozložený rovnomerne (A) s veľkosťou lupienkov 120 až 250 μm (4). Po leptaní je úplný zápis štruktúry **IA 4 - Fe 0** a odpovedajúca štruktúra je perlitická liatina s lupienkovým grafitom (obr. 62b).

Záznam úplného hodnotenia štruktúry **90 % VI 7 + 10 % V 6 - Fe** charakterizuje štruktúru liatiny s guľôčkovým grafitom s grafitom vylúčeným ako pravidelné guľôčky (90 % VI) a nepravidelné guľôčky (10 % V). Veľkosť pravidelne guľôčkového grafitu je 15 až 30 μm (7), veľkosť nepravidelne guľôčkového grafitu je 30 až 60 μm (6). Matrica liatiny je feritická (Fe) a obsah perlitu nepresahuje 2 %.

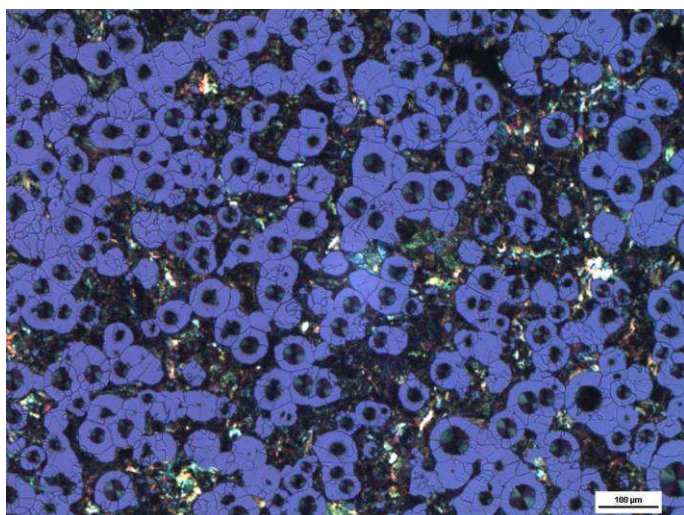
Na obr. 66 je štruktúra **VI 6 - Fe 55**, čo predstavuje 100 % pravidelne guľôčkového grafitu (VI) s veľkosťou 30 až 60 μm (6). Obsah feritu v matrici je 40 až 70 % (Fe 55). Táto mikroštruktúra bola pozorovaná vo svetlom poli (obr. 66a), ktoré je najčastejšie používané na dokumentáciu a štúdium grafitických liatin, v tmavom poli (obr. 66b) a v polarizovanom svetle (obr. 66c), ktoré je vhodné využiť pri detailnejšom štúdiu štruktúry. V prípade, že je potrebné odhadnúť jednotlivé podiely feritu (EF - efektívny ferit), perlitu a grafitu v štruktúre je vhodnejšie použiť práve polarizované svetlo.



a) svetlé pole: ferit je svetlý, perlit je tmavý, guľôčky grafitu sú globulárne častice vylúčené vo ferite



b) tmavé pole: ferit je čierny, hranice feritických zŕn sú biele, perlit sú sivé oblasti, grafit nie je dobre identifikovateľný pri danom zväčšení



c) polarizované svetlo: všetky štruktúrne zložky sú dobre identifikovateľné, v grafitických časticiach sú pozorovateľné rastové roviny, ferit je fialový, perlit sú farebné oblasti

Obr. 66 Feriticko-perlitická liatina s guľôčkovým grafitom VI 6 - Fe 55, lept. 3 % Nital

Záznam **80 % III + 20 % VI 5 - Fe 80** charakterizuje liatinu s červíkovitým grafitom, ktorej obsah grafitu tvorí z 80 % červíkovitý grafit (III) a 20 % dokonale guľôčkový grafit (VI). Veľkosť guľôčok grafitu je 60 až 120 µm (5). Obsah feritu je od 70 do 90 % (Fe 80). (Podiel guľôčkového grafitu v liatine s červíkovitým grafitom nesmie byť viac ako 20 %.)

Záznam **IV 6 - Fe 30** charakterizuje štruktúru temperovanej liatiny s vločkovým grafitom (IV) s veľkosťou grafitických útvarov 30 až 60 μm (6). Obsah feritu je v rozsahu od 0 do 40 % (Fe30).

5. 4 Štruktúra podeutektických silumínov

Najdôležitejšou skupinou zliatin hliníka na odliatky sú zliatiny, obsahujúce ako hlavnú prísadu Si, nazývané *silumíny*. Zliatiny Al-Si pre odlievanie sa vyznačujú výbornou zlievateľnosťou a zabiehavosťou, zvlášť zliatiny eutektického alebo blízko eutektického zloženia. Eutektický bod je definovaný teplotou 577 °C a koncentráciou 11,7 až 12,5 % kremíka. Hliník a kremík vytvárajú binárne eutektikum.

Eutektikum predstavuje v binárnych sústavách zmes tuhého roztoku α a kryštálov takmer čistého kremíka označovaného ako fáza β (obsahujúca nad 98 % Si), ktorá má väčšiu kryštalizačnú schopnosť než fáza α . Tá začína eutektickú kryštalizáciu oneskorene, kedy už doskovité útvary fázy β dosahujú značnú dĺžku. K dosiahnutiu morfolologickej zmeny fázy β sa silumíny modifikujú vhodnými prísadami (Na, Sr), ktoré znižujú kryštalizačnú schopnosť fázy β . Tavenina potom tuhne s väčším podchladením a vzniká jemné eutektikum. Metalograficky sa nemodifikované eutektikum prejavuje ako dvojfázová kontinuálna štruktúra, kedy v svetlej matrici fázy α sú stavebnými jednotkami doskovité útvary eutektickej β fázy, ktoré na metalografickom výbruse pozorujeme ako tmavosivé ihlice kremíka, v prípade modifikovaného eutektika sú to tyčinky, ktoré pozorujeme na výbruse ako oblé zrná. Eutektikum je pevné, mäkké a dostatočne húževnaté, pretože obsahuje okolo 90 % α -fázy a asi 10 % Si. *Fáza α* (mäkká a húževnatá) je substitučný tuhý roztok kremíka v hliníku s maximálnou rozpustnosťou 1,65 % Si pri eutektickej teplote a 0,005 až 0,1 % kremíka pri 200 °C.

V závislosti od obsahu kremíka sú zliatiny Al-Si rozdelené na tri hlavné skupiny: podeutektické zliatiny s obsahom kremíka medzi 5 % až 10 % a so štruktúrou tvorenou dendritmi primárnej fázy α a eutektikom ($\alpha + \text{Si}$), eutektické zliatiny obsahujúce 11-13 % Si so štruktúrou obsahujúcou iba eutektikum ($\alpha + \text{Si}$) a nadeutektické zliatiny s obsahom Si prevažne medzi 14 % a 20 %, ktorých štruktúra obsahuje primárne kryštály Si a eutektikum ($\alpha + \text{Si}$).

Za účelom vytvrdzovania starnutím sa pridávajú do zliatin Al-Si prvky ako Cu alebo Mg. Hliníkové zliatiny sú charakteristické tým, že na rozdiel od zliatin na báze iných prvkov je v nich prítomné množstvo intermetalických fáz. Všeobecne možno konštatovať, že prvky, ktorých pôvod je v prvovýrobe hliníka a vytvárajú príslušné intermetalické zlúčeniny, negatívne ovplyvňujú vlastnosti Al-Si zliatin. Miera ich negatívneho pôsobenia závisí od ich veľkosti, množstva, distribúcie a morfológie. Úlohou legujúcich prvkov je negovanie účinku škodlivého prvku, alebo vytvorenie „dobrých intermetalických fáz“, ktoré pozitívne ovplyvňujú vlastnosti a otvárajú možnosť zvýšiť pevnostné vlastnosti.

Mikroštruktúra Al-Si zliatin (obr. 67, 68) sa hodnotí podľa STN 42 0491. Vyhodnocujú sa dendrity fázy α pri zväčšení 100 x. Hodnotí sa ich obsah D , t. j. stanoví sa aké percento plochy výbrusu zaberajú, ich veľkosť L , t. j. rozmer najdlhších dendritov v rovine výbrusu, ktorý sa určuje priemernou dĺžkou dendritov v mm, jemnosť dendritov T , t. j. stanoví sa priemerná hrúbka sekundárnych vetví dendritov. Tvar *eutektického kremíka* sa hodnotí pri zväčšení 100 až 1000 x, v závislosti od jeho veľkosti. Pre kvantitatívne hodnotenie dendritickosti sa používa priamková metóda. Princíp tejto metódy je popísaný v kapitole 4. Prehľad parametrov hodnotených podľa STN 42 0491 je spracovaný prehľadne v tab. 5.

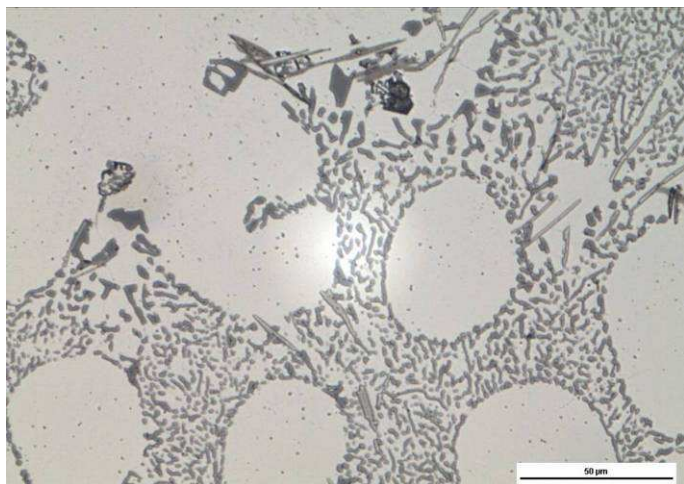
Hodnotené parametre štruktúrnych fáz a súčastí podľa STN 42 0491

Štruktúrne fázy alebo súčasti	Parameter		Číslo etalónoveho radu
	Pomenovanie	Označenie	
Dendrity α fázy	obsah	D 0 až D 75	1a, 1b
	veľkosť	L	skutočné rozmery
	jemnosť	T 1 až T 9	2
Útvary β fázy	tvar	I až V	3
	rozloženie	A až C	4
	veľkosť	-	skutočné rozmery
Fázy obsahujúce ďalšie prvky	druh	-	chemické zloženie
	tvar	1 až 5	5
	rozloženie	a až e	6
	veľkosť	-	skutočné rozmery

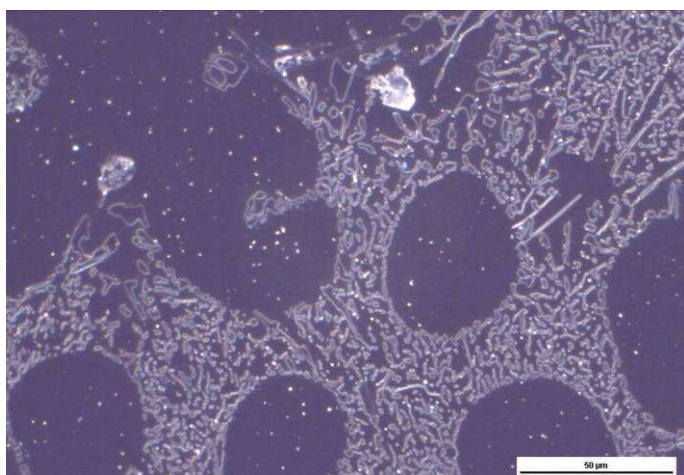
V prípade *intermetalických fáz*, identifikovateľných pri čiernobielym kontraste (obr. 67, 68), sa hodnotí ich tvar a rozloženie. Podľa veľkosti hodnotených útvarov sa hodnotí pri 100 až 1000-násobnom zväčšení. Druh fázy sa charakterizuje chemickým vzorcom, ak nie je vzorec známy, popíše sa približným výpisom obsiahnutých prvkov.

Pozorovanie v svetlom poli (obr. 67a, 68a) je najčastejšie využívané, pozorovanie v tmavom poli neprináša nové informácie o danej štruktúre (obr. 67b, 68b), naopak polarizované svetlo (obr. 67c, 68c) umožňuje lepšiu identifikáciu intermetalických fáz a odlíšenie ihlicovitej železitej fázy FeSiAl_5 , ktorú je problematické identifikovať v nemodifikovaných silumínoch, kde má Si ihlicovitý tvar.

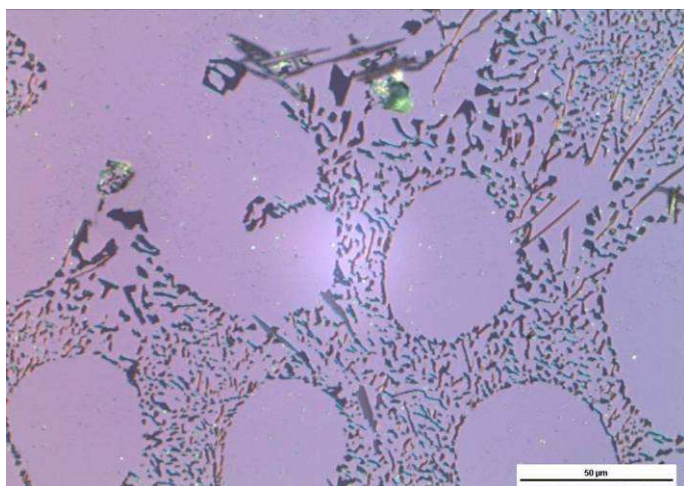
Leptaním silumínov sa zvyšuje kontrast a jednotlivé štruktúrne zložky sú dobre identifikovateľné (obr. 68). Vhodné leptadlá sú 0,5 % HF (0,5 % vodný roztok HF pri teplote okolia) alebo leptadlo označované Dix-Keller (10 ml koncentrovanej HF, 15 ml koncentrovanej HCl, 25 ml koncentrovanej HNO_3 , 950 ml destilovanej vody pri teplote okolia). Pokiaľ sú vzorky silumínov doleštené suspenziou OP-S, je v mnohých prípadoch dosiahnutý dostatočný čiernobiely kontrast a sú rozlíšiteľné niektoré intermetalické fázy, ktorých farba je tmavšia ako farba kremíka a sú identifikovateľné podľa tvaru (obr. 69a). Pre identifikáciu železitých fáz, ktoré majú alebo ihlicovitý tvar (obr. 69b), alebo tvar kostier, je vhodné použiť leptanie v 25 % vodnom roztoku H_2SO_4 pri teplote 75 °C. Fázy so zvýšeným obsahom medi je odporúčané leptať 30 % vodným roztokom HNO_3 pri teplote 70 °C.



a) svetlé pole, svetlé oblasti sú dendrity fázy α , fáza β má tvar oblých zŕn, ihlicovité útvary sú intermetalické fázy FeSiAl_5

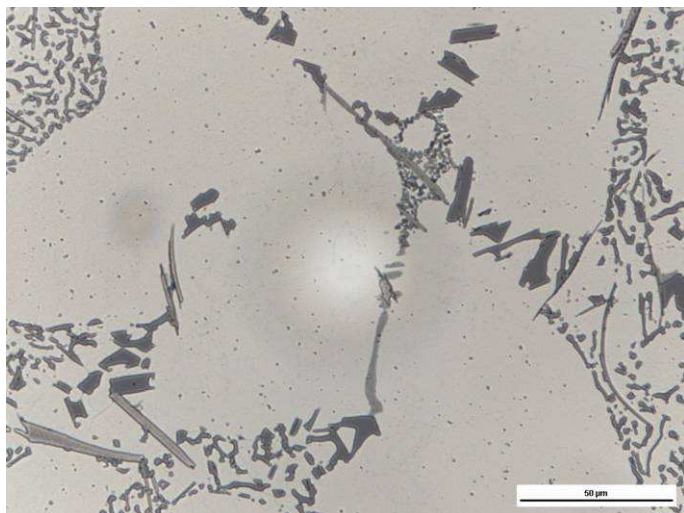


b) tmavé pole

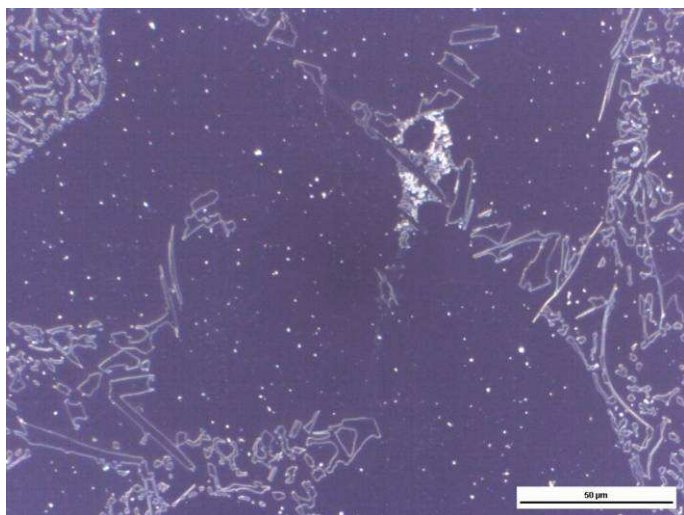


c) polarizované svetlo, dobre identifikovateľné ihlice FeSiAl_5

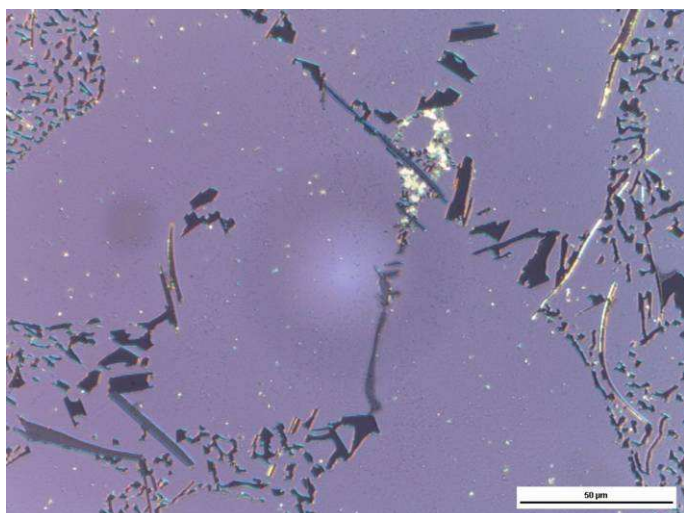
Obr. 67 Silumín, liata zliatina Al-Si, modifikovaná, neleptaná



a) svetlé pole

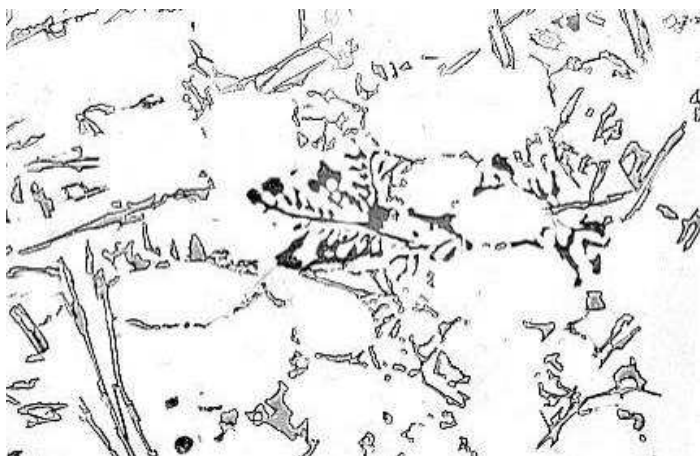


b) tmavé pole

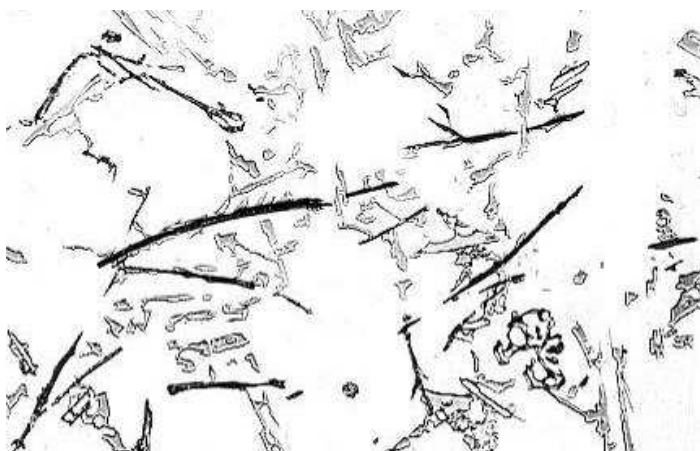


c) polarizované svetlo

Obr. 68 Silumín AlSi10MgMn, modifikovaný Sr, lept. 0,5 % HF



a) čínske písmo $\text{Al}(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Si}$,
lept. 0,5 % HF, zv. 400 x

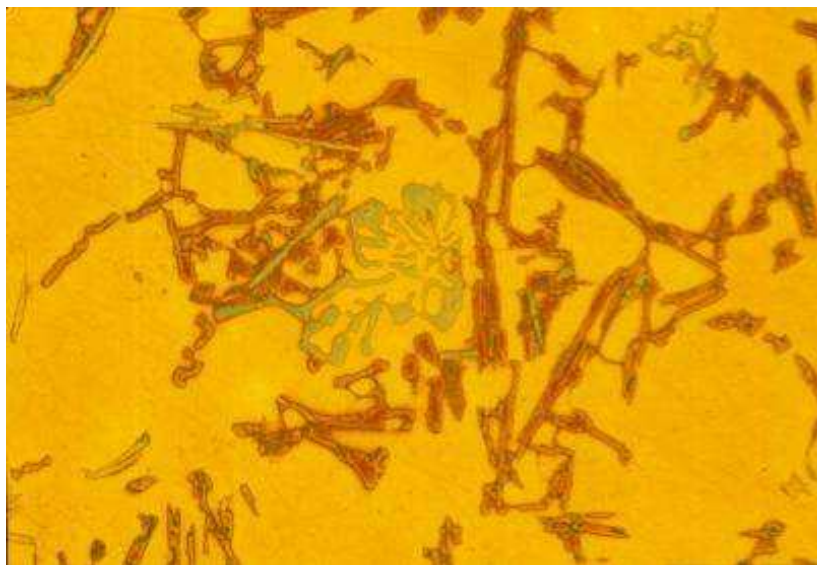


b) ihlice FeAlSi_5 ,
lept. H_2SO_4 , zv. 400 x

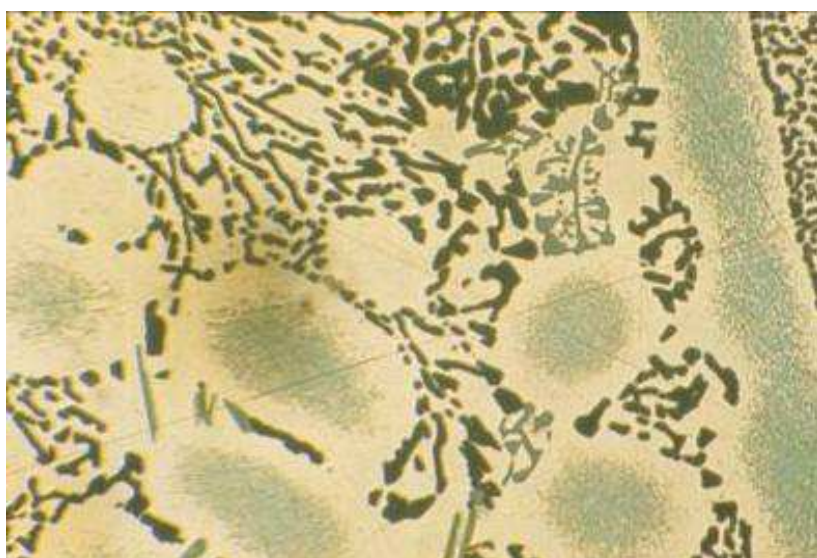


c) čínské písmo $\text{Al}(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Si}$,
lept. MA, zv. 1600 x

Obr. 69 Silumín AlSi10MgMn , nemodifikovaný, intermetalické fázy



a) nemodifikované,
lept. W-Al, zv. 400 x



b) modifikované Sr,
lept. MA, preleptané,
zv. 1000 x

Obr. 70 Silumín AlSi10MgMn, fáza Mg_2Si

Pre zvýšenie kontrastu, a tým aj pre identifikáciu intermetalických fáz je výhodné vzorky leptať farebnými leptadlami vhodnými pre leptanie zliatin Al-Si. V prípade legovania Mg a Mn je vhodné leptadlo molybdénan amónny (MA) (obr. 69c, 70b), pokiaľ sú silumíny legované Cu je vhodnejšie leptadlo Weck-aluminium (W-Al) (obr. 70a).

V silumínoch sú podľa ich chemického zloženia vylúčené intermetalické fázy, ktoré majú celú škálu rôznych tvarov a hodnotenie podľa etalónov nie je postačujúce. V prípade silumínu AlSi10MgMn vzniká fáza $Al(FeMn)Si$, ktorá po leptaní MA je zvyčajne pozorovaná ako svetlohnedá (v prípade preleptania zelená) s tvarom prevažne čínskeho písma, niekedy tvaru kostier. Fázy $Al(FeMg)Si$ a $Al(FeMgMn)Si$ majú tvar masívnych častíc, ktoré sú rovnako pozorované ako svetlohnedé. Pri pozorovaní v polarizovanom svetle výbrusu leptaného MA sa zobrazia odlišným odtieňom farby. Fáza Mg_2Si má v nemodifikovanom stave alebo s nepostačujúcim množstvom modifikátora tvar čínskeho písma a v stave po modifikovaní a vytvrdzovaní je možné tuto fázu identifikovať ako zoskupenie jemných globulárnych častíc. Pre jej identifikáciu je potrebné použiť vysoké zväčšenia aj nad 800 x. Po farebnom leptaní MA je ihlicovitá fáza $FeSiAl_5$ svetlohnedá a dobre identifikovateľná od ihlíc kremíka, ktoré

sú tmavomodré. Farba jednotlivých fáz nie je smerodajná a súvisí s časom leptania. Uvedené farby sú dosiahnuté pri optimálne leptanom povrchu a sú to farby fáz, ktoré sú dosiahnuté pri pozorovaní v mikroskope. Reprodukčná farba môže byť odlišná. Nie je tak rozhodujúca farba fáz, ale podstatné je, že fázy sú identifikovateľné.

Literatúra

SKOČOVSKÝ, P. - BOKŮVKA, O. - KONEČNÁ, R. - TILLOVÁ, E.: *Náuka o materiáli pre odbory strojnícke*. 2. vyd., EDIS, vydavateľstvo ŽU, Žilina, 2006, 349 s., ISBN 80-7100-831-1

SKOČOVSKÝ, P. - MATEJKA, M.: *Mikroštruktúra liatin*. 1. vyd., ES VŠDS, 1994, 41 s., ISBN 80-967286-0-1

SKOČOVSKÝ, P. - PODRÁBSKÝ, T.: *Grafické liatiny*. 1. vyd., EDIS, vydavateľstvo ŽU, Žilina, 2005, 168 s., ISBN 80-8070-390-6

SKOČOVSKÝ, P. - PODRÁBSKÝ, T.: *Farebná metalografia zliatin železa*. 1. vyd., EDIS, vydavateľstvo ŽU, Žilina, 2001, 68 s., ISBN 80-7100-911-3

JANDOŠ, F. - ŘÍMAN, R. - GEMPERLE, A.: *Využití moderních laboratorních metod v metalografii*. 1. vyd., SNTL, Praha, 1985, 384 s.

GEELS, K. et al.: *Metallographic and materialographic specimen preparation, light microscopy, image analysis and hardness testing*. I. Title, ASTM International, Lancaster, PA, 2007, 743 p., ISBN 978-0-8031-4265-7

VANDER VOORT, G. F.: *Metallography, principles and practice*. I. Title, ASTM International, Materials Park, OH, 1999, 752 p., ISBN 0-87170-672-5