



УНИВЕРЗИТЕТ „СВ. КИРИЛ И МЕТОДИЈ“ ВО СКОПЈЕ
ТЕХНОЛОШКО-МЕТАЛУРШКИ ФАКУЛТЕТ



Дафинка Стоевска-Гоговска
Ружица Манојловиќ

КВАНТИТАТИВНА МЕТАЛОГРАФИЈА

практикум

Скопје
2021

Рецензенти

Ред. проф. д-р Јон Магдески

Ред. проф. д-р Благој Ризов

Лектура

д-р Светлана Давкова-Ѓоргиева

Компјутерска обработка

м-р Златко Танасковски

Издава и печати

Индиго Хаб

Тираж: 200

CIP - Каталогизација во публикација

Национална и универзитетска библиотека "Св. Климент Охридски", Скопје

620.186(075.8)(076.5)

СТОЕВСКА-Гоговска, Дафинка

Квантитативна металографија : практикум / Дафинка Стоевска-Гоговска,
Ружица Манојловиќ. - Скопје : Индиго Хаб, 2021. - 92 стр. : илустр. ,
табели ; 24 см

Библиографија: стр.91

ISBN 978-608-4581-55-0

1. Манојловиќ, Ружица [автор]

а) Металографија -- Микроскопски испитувања -- Високошколски учебник --
Практикум

COBISS.MK-ID 55330309

Со одлука на Наставно-научниот совет на Технолошко-металуршкиот факултет во Скопје со број 02-1093/1 од 17.09.2021 година, ракописот е одобрен за печатење и употреба во наставата како учебно помагало.

СОДРЖИНА

1. МЕТАЛОГРАФСКИ МИКРОСКОП	7
1.1. Принцип на работа на микроскопот	7
1.2. Зголемување на микроскопот	8
1.3. Објективи	9
1.4. Окулари	12
1.5. Конструкција на металографски микроскоп	13
1.6. Основни ограничувања на класичната металографската микроскопија и нивно ублажување	16
1.7. Типови на металографски микроскопи	22
1.8. Работа со микроскопот	25
Вежба бр. 1	26
2. МЕХАНИЧКА ПОДГОТОВКА НА ПРИМЕРОЦИТЕ.....	29
2.1. Земање примерок.....	29
2.2. Сечење	30
2.3. Груба обработка.....	31
2.4. Монтирање	31
2.5. Брусење	32
2.6. Полирање.....	34
2.7. Постапки при брусење и полирање	36
Вежба бр. 2.....	39
2.8. Развивање на структурата.....	40
2.8.1. Хемиско нагризување	40
Вежба бр. 3.....	45
2.8.2. Електролитичко полирање и нагризување.....	47
Вежба бр.4.....	51
3. КВАНТИТАТИВНА МЕТАЛОГРАФИЈА	53
3.1. Определување волуменски удел	63
Вежба бр. 5.....	67
3.2. Определување големина на зрна.....	68
3.2.1. Планиметричка метода	71
3.2.2. Метода на пресеци	73
Вежба бр. 6.....	78

3.3.Определување графитни вклучоци во сив лив	79
3.3.1. Определување на големината и бројот на графитните ламели	79
Вежба бр. 7	83
3.4.Определување на неметални вклучоци во челик	84
3.4.1. Квалитативно определување на неметални вклучоци	84
3.4.2. Квантитативно определување на неметални вклучоци.....	85
Вежба бр. 8.....	90

КОРИСТЕНА ЛИТЕРАТУРА	91
-----------------------------------	-----------

ПРЕДГОВОР

Ракописот **КВАНТИТАТИВНА МЕТАЛОГРАФИЈА** – практикум првенствено е наменет за студентите на студиската програма **Металургија, дизајн и менаџмент на Технолошко-металуршкиот факултет при Универзитетот „Св. Кирил и Методиј“** во Скопје. Тој е составен од три целини – опис на металографски микроскоп, подготовка на примероците кои се анализираат со помош на микроскопот и примена на квантитативна металографија. Овие три дела се така одбрани за да им помогнат на студентите во изведување на предвидените осум лабораториски вежби. Ова учебно помагало содржи доволно теоретски сознанија и практични упатства, така што се надеваме дека ќе им помогне на студентите лесно и успешно да ги реализираат лабораториските вежби. Секако, материјалот може да им користи и на дипломираните металуршки инженери кои професионално се занимаваат со металографија.

Им изразуваме посебна благодарност на рецензентите, д-р Јон Магдески и д-р Благој Ризов, чии сугестии придонесоа за подобрување на квалитетот на ракописот.

На крај, свесни дека овој ракопис не е совршен и не е без грешки, ги повикуваме корисниците да ги достават своите забелешки, сугестии и предлози кои авторите ќе ги разгледаат со посебно внимание.

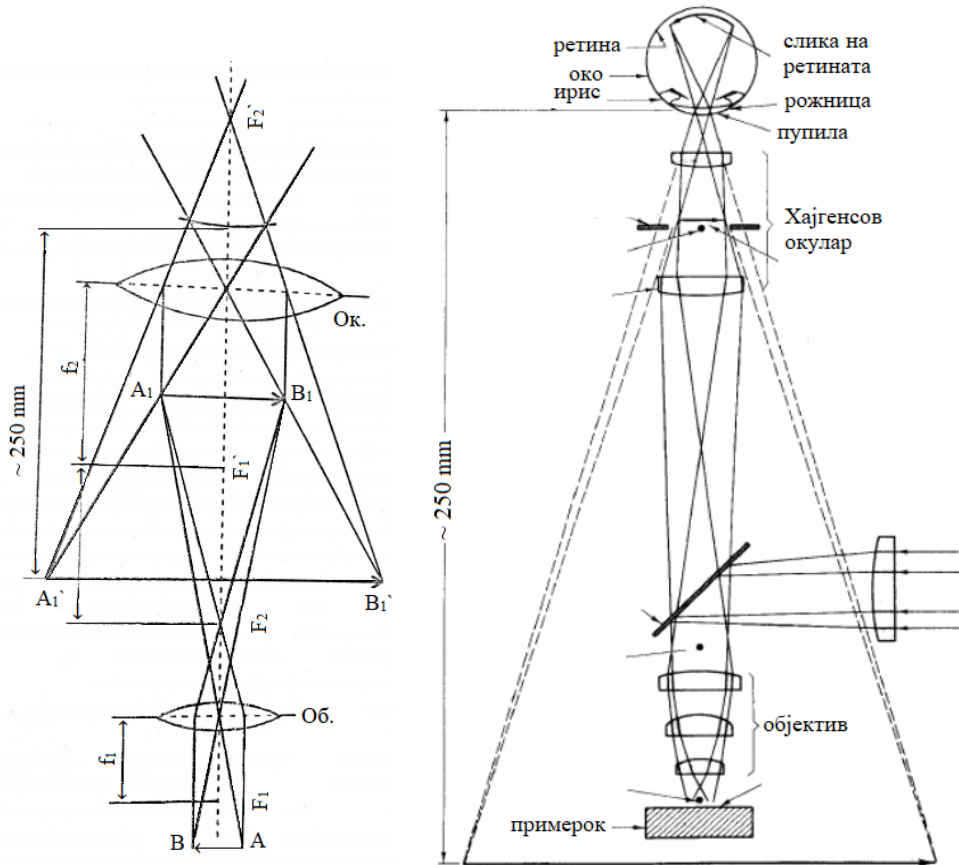
Авторите

1. МЕТАЛОГРАФСКИ МИКРОСКОП

1.1. Принцип на работа на микроскопот

Основна разлика меѓу металографскиот и другите оптички микроскопи, на пр. биолошкиот, потекнува од фактот дека металите се непроѕирни. Затоа примерокот треба да биде осветлен од истата страна од која и ќе се посматра.

Со помош на металографскиот микроскоп може да се определат фазите кои се присутни во материјалот, нивната градба, дистрибуција и карактеристики. Ваквите испитувања се од практично значење бидејќи од структурата на материјалот зависи неговото однесување при употребата.



Сл. 1. Шематски приказ на формирање слика кај оптички микроскоп

Металографскиот микроскоп во основа се состои од два системи на леќи, објектив и окулар, кои се однесуваат како собирни леќи (сл. 1). Објектот АВ, односно подготвената површина на примерокот, се поставува пред објективот на растојание поголемо од f_1 , но помало од $2f_1$. Светлосните зраци кои тргнуваат од објектот се прекршуваат низ објективот и создаваат примарна, реална, превртена, зголемена слика A_1B_1 . Окуларот е поставен на такво растојание од објективот што сликата A_1B_1 паѓа во опсегот на неговото фокусно растојание. Окуларот дејствува како лупа: светлосните зраци низ него се прекршуваат така што се добива секундарна, имагинарна, исправена, зголемена слика $A_1'B_1'$. Оваа зголемена слика експериментаторот може да ја посматра со око потпрено на објективот, како зголемена слика на објектот на растојание приближно еднакво на растојанието на јасен вид ($s = 250 \text{ mm}$), или пак сликата може да се посматра како проекција на мат плочата на микроскопот. Се разбира дека сликата може да се сними на филм или фотографска плоча.

1.2. Зголемување на микроскопот

Вкупното зголемување на микроскопот е дадено со изразот:

$$\frac{D \cdot s}{f_1 f_2} \quad (1)$$

Должината D често се нарекува оптичка должина на тубусот на микроскопот, а s е растојанието на јасен вид.

Кај најголем број микроскопи на самите објективи и окулари се изгравирани нивните сопствени зголемувања, па вкупното зголемување на микроскопот, т.е. зголемувањето при дадената комбинација објектив – окулар, може да се добие со едноставно множење на поединечните вредности, според релацијата:

$$M = M_{ob} \cdot M_{ok} \quad (2)$$

При снимање на зголемениот лик вредноста на вкупното зголемување мора да се корегира за факторот L/s :

$$M_{ob} \cdot M_{ok} \cdot \frac{L}{s} = \frac{D \cdot L}{f_1 f_2} \quad (3)$$

при што L е растојание од фотографската емулзија до окуларот. Често L е непроменливо за даден микроскоп и е еднакво на 250 mm, т.е. $L = s$, така што не се потребни корекции.

Зголемувањето на најсигурен начин може да се одреди со помош на т.н. објект-микрометар. Тоа е полирана метална (или стаклена) плочка на која е изгравирани скала со познато единечно растојание t , најчесто 0,01 mm. При дадена комбинација објектив – окулар, наместо примерок, под објективот се поставува оваа плочка, а сликата од скалата се проектира на мат плочата или се прави фотографија. Ако растојанието меѓу две произволно избрани линии на зголемената слика (кои се меѓусебно оддалечени најмалку 50 mm) се означат со R , а бројот на линии од скалата кои се наоѓаат меѓу овие две линии изнесува N , тогаш зголемувањето се пресметува од релацијата:

$$\frac{R}{N \cdot t} \quad (4)$$

каде N е број на поделоци кои лежат на растојанието R на зголемената слика од скалата објект-микрометар.

1.3. Објективи

Најважна компонента на микроскопот е објективот (сл. 3), бидејќи практичната вредност на микроскопот ја одредува неговата моќ на раздвојување (резолуција), дефинирана како способност да произведе остро дефинирани одвоени слики на многу блиски детали на површината на примерокот. Најмалото растојание на кое две точки сè уште се гледаат одвоени изнесува:

$$d = \frac{0,61 \cdot \lambda}{n \cdot \sin \alpha} = \frac{0,61 \cdot \lambda}{NA} \quad (5)$$

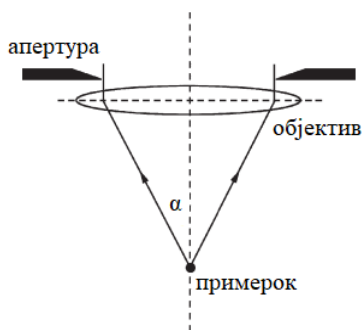
каде што:

λ – бранова должина на светлината со која се осветлува примерокот ($\lambda = 400$ nm за сина светлина и $\lambda = 800$ nm за црвена светлина);

n – индекс на прекршување на средината која се наоѓа меѓу објективот и примерокот (за воздух $n = 1$, за кедрово масло $n = 1,52$, за монобромнафталин $n = 1,66$);

α – половина од апертурниот агол (сл. 2), т.е. аголот под кој отворот (апертурата) на предната леќа на објективот се гледа од точката на оптичкиот центар на примерокот;

NA – нумеричка апертура на објективот и таа најчесто е изгравирани на самиот објектив.



Сл. 2. Шематски приказ на аголната апертура 2α на објективот

Очигледно е дека нумеричката апертура е најважната особина на објективот, бидејќи таа е мерка за употребливоста на објективот. Кога границата на раздвојување доволно ќе се намали, со зголемување на нумеричката апертура, за да можат да се забележат сите потребни детали, со натамошно зголемување на сликата (со окуларот или при изработката на позитивот) не се откриваат нови детали. Моќта на раздвојување на човечкото око изнесува 0,2 до 0,4 mm. Според Абеовото правило, зголемувањето на микроскопот треба да изнесува $500NA \div 1000NA$. Зголемувања поголеми од горната вредност доведуваат до создавање оптички празна слика и се влошува контрастот на сликата, а со тоа се смалува и нејзиниот квалитет.



Сл. 3. Изглед на објективи

Длабинската острина на сликата, т.е. интервал на растојание меѓу површината на примерокот и објективот на микроскопот во кое се добива остра слика, расте со зголемување на длабината на фокусот на објективот. Длабината на фокусот на објективот е обратнопропорционална на нумеричката апертура и зголемувањето на објективот. Длабинската острина може да се определи според равенката:

$$T = \frac{1}{14} \frac{1}{NA} \left(1 + \frac{1}{M}\right) \quad (6)$$

каде M е зголемување.

Со пораст на зголемувањето на објективот сликата обично станува помалку рамна. Таа е идеално рамна ако е истовремено остра и во центарот и на периферијата на видното поле. Доколку тоа не е случај, сликата секогаш се изострува во центарот на видното поле.

Објективите можат да бидат суви (со нумеричка апертура до 0,95) и имерзиони (со нумеричка апертура до 1,6). Имерзионите објективи можат да се користат само со предвиденото имерзионо средство.

Објективите се делат според степенот на корекција на аберацијата. Кај ахроматските објективи коригирана е хроматската

аберација во средишниот, жолто-зелениот дел од спектарот. Бидејќи окоето е најосетливо на жолто-зелената светлина, ахроматските објективи ги задоволуваат сите барања за визуелно микроскопско испитување до средни зголемувања (нумеричка апертура до 0,4). Тие се најпопуларни микроскопски објективи, евтини се и истовремено релативно добро корегирани. При работа со ахроматските објективи може да се користат само жолто-зелени филтри и ортохроматски фотографски материјал (не смее да се користат панхроматски плочи).

Апохроматските објективи практично се корегирани за целиот видлив спектар, така што се погодни за посматрање на предметот осветлен со бела, жолто-зелена или сина светлина. Се применуваат за најстроги барања во микроскопијата, посебно при испитување во темно поле и кога снимањето се врши во боја. Нивната нумеричка апертура изнесува до 1,6. При употреба на апохроматски објективи задолжително треба да се користи т.н. компензационен окулар. Сепак, сликата добиена со апохроматски објектив не е толку рамна како таа добиена со ахроматски.

Семиапохроматските објективи (или флуорити) се всушност многу квалитетни ахроматски објективи, кои во однос на корекцијата на аберациите претставуваат компромис меѓу ахроматите и апохроматите, додека по другите оптички својства се приближуваат на ахроматските.

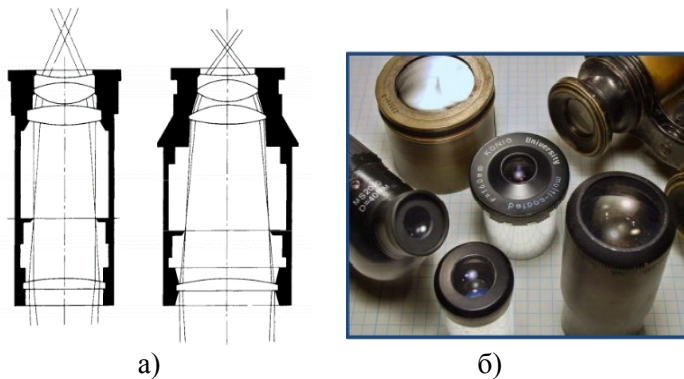
Панхроматските објективи се карактеризираат, освен со целосна корекција на хроматската аберација, и со целосно рамна слика.

Парфокалните објективи се така конструирани што кога сликата се изостри со кој и да било објектив, таа останува остра за сите други објективи без дополнително дотерување.

1.4. Окулари

Основна задача на окуларот е понатаму да ја зголеми сликата од објектот што ја создал објективот и да ја направи видлива, било како имагинарна слика или да ја проектира како реална слика. Кај окуларите разликуваме т.н. Хајгенсов (Huygens) некомпензационен окулар и компензационен окулар. Првиот се применува со ахроматски објективи (никогаш со апохроматски) и тој не врши натамошна корекција на меѓусликата што ја создал објективот. Предната леќа на

Хајгенсовиот окулар учествува во создавањето на примарната слика, па затоа и лесно може да се препознае, бидејќи тој не може да се користи како лупа. Со апохроматските објективи, како и силните ахроматски објективи се користи т.н. компензационен окулар. Тој дополнително ја коригира заостанатата хроматска аберација. Меѓутоа, обично притоа сликата не е толку рамна. Обичниот компензационен окулар може да се препознае и по тоа што тој може да се користи како лупа. На сл. 4 се дадени напречен пресек (а) и изглед на окулари (б).



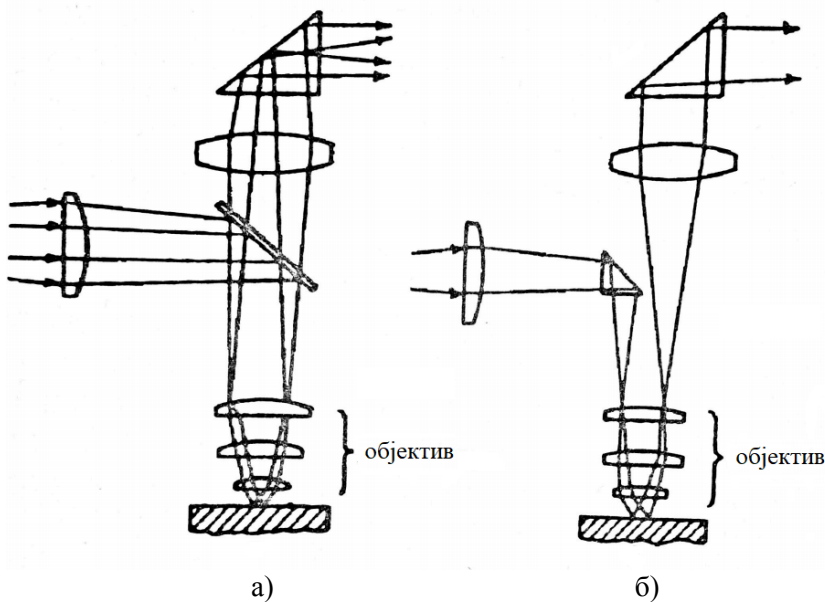
Сл. 4. Напречен пресек (а) и изглед (б) на окулари

1.5. Конструкција на металографски микроскоп

Најчест начин на осветлување е осветлување во светло поле, т.е. вертикално осветлување низ објективот. Тоа се постигнува со помош на вертикален илуминатор, кој може да биде конструиран на два начини. На сликата 5а шематски е прикажан вертикален илуминатор со планпаралелно полупропустливо стакло. Светлината доаѓа од страна, нормално на оптичката оска на микроскопот, делумно се рефлектира од стаклото и поминува низ објективот осветлувајќи го објектот (примерокот). Стаклото е полупропустливо така што не ја попречува светлината рефлектирана од предметот да помине од објективот кон окуларот. Недостаток на овој тип на рефлектор е значителен губиток на светлината при двојната рефлексија. Овој губиток може да биде и поголем од 75 %. На сл. 5б е прикажан принцип на вертикален илуминатор со призма. Призмата целосно ја рефлектира светлината низ објективот на површината на примерокот. За да повратните светлосни зраци дојдат до окуларот, призмата се поставува надвор од оптичката оска на микроскопот, така што покрива приближно една половина од апертурата на објективот. Бидејќи моќта на раздвојување

(резолуцијата) на објективот ја намалуваат сите фактори кои ја намалуваат неговата нумеричка апертура, доаѓа до пропорционално намалување на моќта на раздвојување. При релативно мало зголемување, на пр., 100x па и помало, ова смалување не е премногу значајно, но кај големите зголемувања невозможно е со призма потполно да се искористи моќта на раздвојување на објективот и да се добие квалитетна слика. Според тоа, призмата има предност само во случај кога се бара значително посветла слика (искористувањето на светлината е околу 50 %) и тоа само за мали зголемувања. За средни и големи зголемувања треба да се користи планпаралелно стакло, кое и покрај наведениот губиток обезбедува доволно светлина и за посматрање и за микрофотографијата, а при тоа не влијае на моќта на раздвојување на објективот.

За јасно и точно репродуцирање на структурата значајна е критичната контрола на осветлување на предметот. Под критично осветлување се подразбира обезбедување конус од светлина кој потполно ќе ја искористи апертурата на објективот, точно центрирање на овој конус и отстранување на светлината која не учествува во создавањето на сликата, ја засенува и ѝ го смалува контрастот.



Сл. 5. Шематски приказ на нормално осветлување со рамно стакло (а) и со призма (б)

Критичното осветлување се постигнува на следниот начин:

1. Слика од светлосниот извор се проектира на површината на примерокот. Ова може да се провери со посматрање преку тубусот на микроскопот од кој е изваден окуларот. Доколку не се види остра слика на вжештеното влакно од сијалицата, треба да се изостри со подесување на кондензорската леќа.
2. Засторот на видното поле чиј лик, исто така, се проектира на површината на примерокот, се затвора толку што при набљудување низ окуларот да се поклопува точно со границите на видното поле. На тој начин се избегнува осветлување на оние делови од површината на примерокот кои не лежат во видното поле на микроскопот, па со тоа се спречува да ја растураат светлината во објективот и да ја засенуваат сликата. Со регулирање на засторот на видното поле се подобрува контрастот на сликата, а притоа не се намалува моќта на раздвојување, како и јачината на осветлување на сликата.
3. Засторот на апертурата, чиј лик се проектира во фокусната рамнина на објективот и кој, според тоа, ја контролира количината на светлината која влегува во објективот се смалува за околу 25 % од својот максимален отвор. Теоретски, максималната моќ на раздвојување на објективот треба да се постигне кога засторот на апертурата е потполно отворен, бидејќи со затворањето се смалува ефективната нумеричка апертура. Меѓутоа, при потполно отворен застор во создавањето на сликата учествуваат и периферни, обично помалку квалитетни делови од леќата на објективот, така што и квалитетот на сликата и моќта на раздвојување не одговараат на очекуваното. Оптимално компромисно решение се постигнува со затворање на засторот до некоја погодна, експериментално определена вредност. Доколку е потребно натамошно смалување на интензитетот на светлината, тоа може да се постигне со ставање на мат стакло на патот на светлосните зраци, а никако со натамошно намалување на отворот на засторот на апертурата.

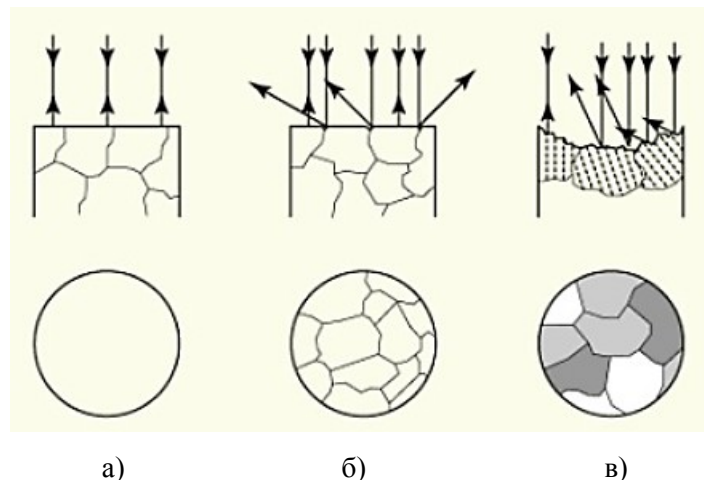
1.6. Основни ограничувања на класичната металографска микроскопија и нивно ублажување

Аголната апертура, а со тоа и моќта на раздвојување на некој објектив, за дадени услови на осветлување е фиксирана од геометријата на неговата оптика. За даден објектив моќта на раздвојување може да се менува само со промена на условите на осветлување, т.е. со промена на индексот на прекршување на светлината. При вообичаени лабораториски услови најголема нумеричка апертура се добива со имерзионен објектив (масло со индекс на прекршување од околу 1,3) и зелена светлина (со бранова должина околу 500 nm). Тогаш границата на раздвојување теоретски е околу 0,2 μ , но практично е поблиску до 1 μ . Имерзионите масла со индекс на прекршување поголеми од 1,3 не се доволно транспарентни, така што единствена променлива во изразот за моќ на раздвојување останува брановата должина на светлината.

Брановата должина на ултравиолетовата светлина е околу 200 nm, па овозможува снижување на границата на раздвојување на половина од вредноста за зелената светлина. Затоа, доколку при употреба на зелена светлина се дојде на граница на моќта на раздвојување, подобро е да се употреби ултравиолетово зрачење. За жал, ултравиолетовата светлина може да се употреби само со кварцна оптика, што заедно со слабата рефлексија на ултравиолетовата светлина од површината на металот, неопходноста за заштита на операторот од зрачење и фактот дека сликата може да се посматра само на флуоресцентен екран, значително ја усложнуваат методата.

Карактеристиките на структурата кои се видливи на соодветно подготвената површина (зрна, граници на зрна, фази, прснатини) се разликуваат една од друга заради разликата во контрастот. Под контраст се подразбира различната осветленост на посебните конституенти. Контрастот е подобар доколку спектарот на нијанси од белите до црните делови на сликата е побогат. Контрастот настанува од различната количина на светлина која во објективот ја рефлектираат одделни детали од примерокот. Разликите во рефлексијата се предизвикани од разлики во количината на апсорбираната светлина и наклонот на атомските рамнини кои ја рефлектираат светлината. Така, честичките графит на полираната површина на сивиот лив изгледаат темни во однос на основата бидејќи апсорбираат повеќе, значи рефлектираат помалку светлина.

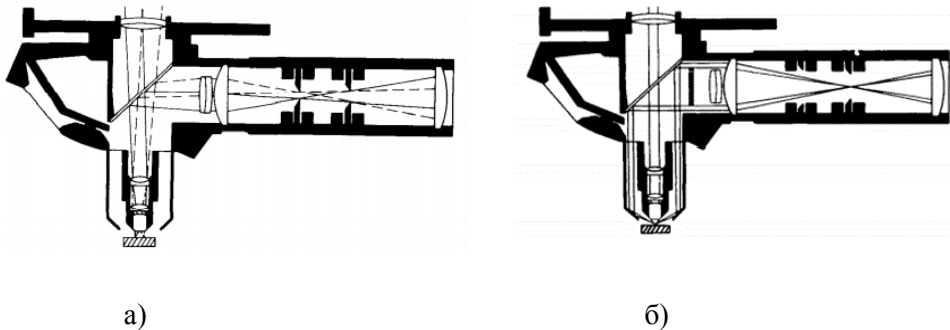
Апсорпционите карактеристики на микроконституентите може да се променат со нагризување на примерокот и на тој начин може да се подобри контрастот. Затоа за набљудување во светло поле најпогодни се нагризани примероци.



Сл. 6. Шематски приказ на различна рефлексија од полирана површина (а), граници на зрна (б) и од различно ориентираните површини на зрна (в)

Типичен пример на контраст заради различниот наклон на атомските рамнини кои ја рефлектираат упадната светлина, се различните нијанси на осветленост на различно ориентираните зрна на нагризаната површина на поликристалниот примерок (сл. 6).

Дифузното растурање на вертикалната упадна светлина на нерамнините на површината на примерокот, исто така, влијаат на разликата во рефлексијата и придонесуваат за контрастот на детаљот. Овие нерамнини мора да бидат најмалку од ред на големина на брановата должина на видливата светлина, а можат да се создадат заради различното симнување на микроконституентите за време на подготовката на примерокот или веќе се присутни во материјалот, како пори, рисеви и сл.



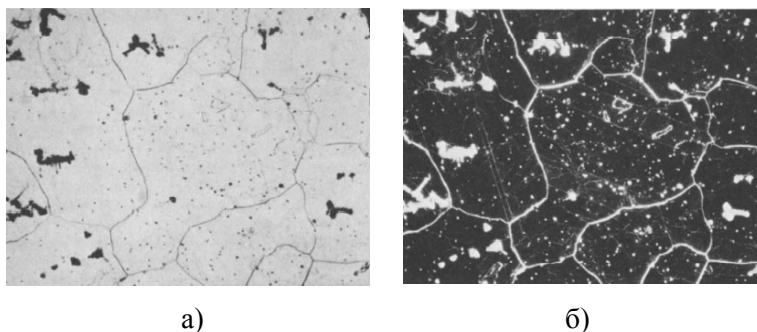
Сл. 7. Принцип на осветлување во светло (а) и темно (б) поле

Иако посматрањето на структурата во светло поле, без сомнение, е најважна металографска метода на испитување, не може да се занемари фактот дека многу структури на метали и легури покажуваат релативно слаб контраст кога се испитуваат со вертикална упадна светлина. На сл. 7 прикажан е принципот на осветлување во светло и темно поле.

Најважни методи за подобрување на контрастот се:

1. осветлување во темно поле;
2. косо осветлување;
3. метода со поларизирана светлина и
4. метода со фазен контраст.

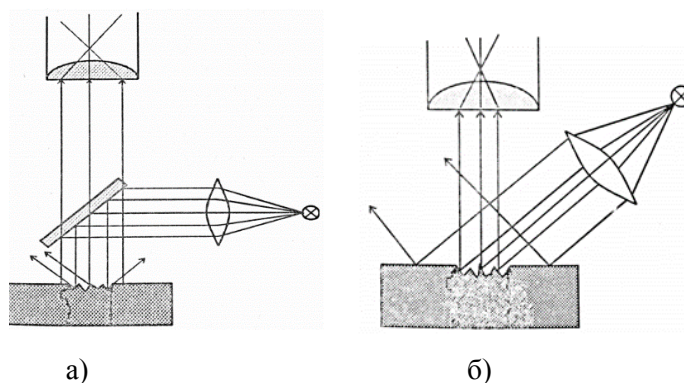
Со првите две методи контрастот се зголемува со промена на условите на осветлување, додека другите две методи го користат феноменот на интерференција на светлината, како на површините со различни рефлексии карактеристики (поларизирана светлина), така и на релјефни површини (фазен контраст).



Сл. 8. Структура на челик AISI 1080 снимена во светло (а) и темно (б) поле

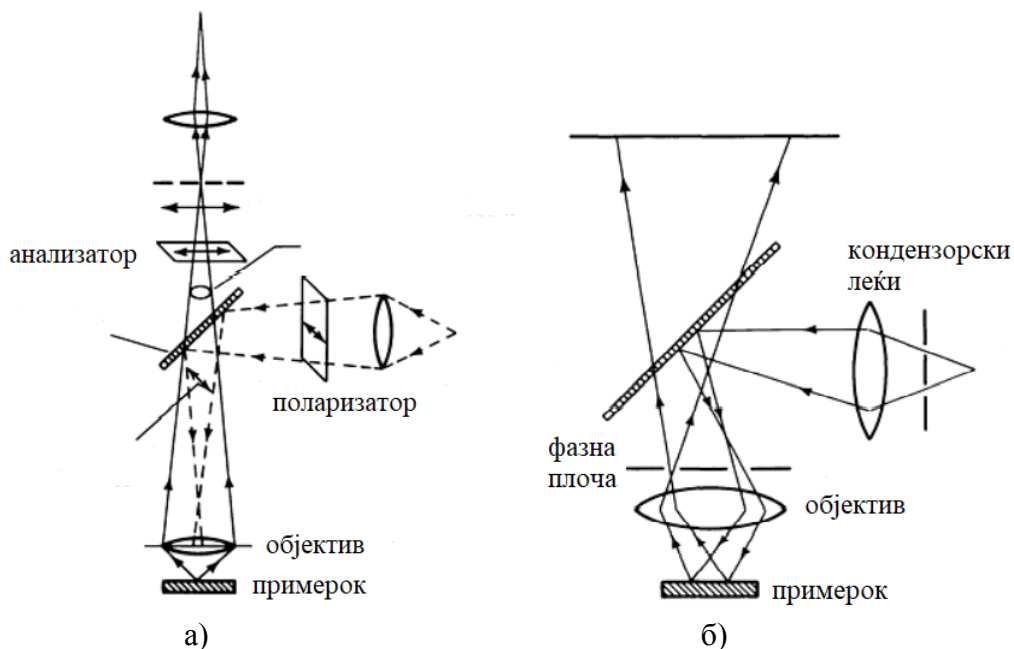
Осветлување во темно поле: низ прстенест застор се пропушта шуплив конус од светлина, кој со помош на планпаралелно стакло и параболично огледало се рефлектира косо врз површината на примерокот. Посматрањето во темно поле има предност при идентификација на неметални вклучоци, при испитување на многу ситни детали кои дифузно ја рефлектираат светлината и не доаѓаат до израз во светло поле и при испитување на ефектот на површинска корозија. Методата е погодна и за оценка на квалитетот на површината на металографскиот примерок, бидејќи ги откриваат и најситните рисеви, како и појавата на релјеф. За илустрација, на сл. 8 е прикажана иста структура снимена во светло и во темно поле.

Косо осветлување: се постигнува со поместување на оската на системот од кондензорски леќи или на апертурниот застор надвор од оптичката оска на микроскопот (сл. 9). На тој начин примерокот се осветлува само од една страна и се намалува ефективната нумеричка апертура на објективот. Со создавањето сенки заради топографијата на површината се зголемува контрастот.



Сл. 9. Принцип на нормално (а) и косо (б) осветлување

Поларизирана светлина: со вметнување на поларизатор во кондензорскиот систем примерокот се осветлува со поларизирана светлина (сл. 10а).



Сл. 10. Шематски приказ на поларизационен микроскоп (а) и добивање на фазен контраст (б)

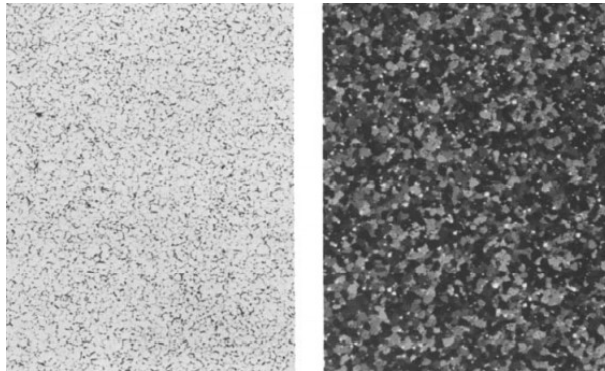
Кога се рефлектира од површината на примерокот, светлината поларизирана во рамнина под одредени услови трпи фазна промена и станува елиптички поларизирана. Кога меѓу објективот и окуларот се постави и друг поларизатор, т.н. анализатор, чија рамнина на поларизација е нормална на рамнината на поларизација на првиот поларизатор, во окуларот ќе дојде светлина. Доколку оските се вкрстени, во окуларот воопшто нема да дојде светлина. На следните фотографии се прикажани структури на берилуим, кој е оптички анизотропен, снимен во светло поле и поларизирана светлина (сл. 11) и титан снимен во темно поле и поларизирана светлина (сл. 12).



а)

б)

Сл. 11. Структура на берилиум (оптички анизотропен материјал) во полирана состојба снимен во светло поле (а) и со поларизирана светлина (б)



а)

б)

Сл. 12. Структура на титан снимена во темно поле (а) и со поларизирана светлина (б)

Фазната промена се случува ако површината има анизотропен коефициент на рефлексija или ако е можна повеќестепена рефлексija од изотропна површина. Значи, фазни промени може да настанат или на површина на оптички анизотропен метал или во изотропен тенок филм на металот.

Фазен контраст (сл. 10б): можно е разликата во висината на одделни детали на површината (релјеф) да се претвори во разлика на интензитетот на рефлектираната светлина, односно во контраст. Методата се заснова на фактот дека компонентата на светлината која е рефлектирана од вдлабнатините на површината на примерокот фазно е

поместена за $\pi/2$ во однос на директно рефлектираната. Со поместување на рефлектираната компонента со помош на фазна плоча за понатамошни $-\pi/2$ или $+\pi/2$, настанува слабеење или засилување на дифрактираната компонента, па вдлабнатините изгледаат темни (позитивен фазен контраст) или светли (негативен фазен контраст). На овој начин може да се добие слика со добар контраст и кога разликите во висината на микроконституентите изнесуваат само $1 \div 5 \text{ nm}$.

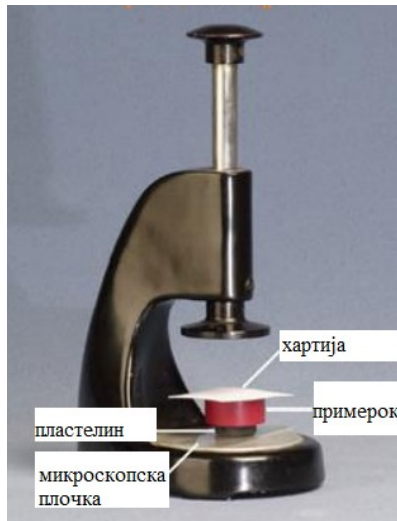
1.7. Типови на металографски микроскопи

Металографските микроскопи, според меѓусебната положба на објективот и примерокот, се делат на вертикален и инверзен тип (сл. 13). Кај вертикалниот објективот е свртен надолу, така што примерокот се поставува под објективот свртен нагоре со подготвената површина.



Сл. 13. Вертикален и инверзен тип на микроскоп

Конструкцијата на микроскопот бара површината на примерокот поставен на микроскопот да биде совршено нормална на оптичката оска на микроскопот. Меѓутоа, ако долната, неподготвена површина на примерокот не е паралелна со горната, или ако е нерамна, тогаш подготвената површина ќе биде поставена под некој агол. Во таков случај примерокот се прицврстува со пластелин на стаклена плочка и со помош на преса горната, подготвена површина се поставува во паралелна положба со долната површина на стаклената плочка. Притоа на примерокот се става филтер хартија за да не се оштети подготвената површина (сл. 14). Вака монтираниот примерок се става на микроскопот заедно со стаклената плочка.



Сл. 14. Преса за прицврстување на примерок со нерамна површина

Кај инверзниот тип, објективот е свртен нагоре а примерокот се поставува над објективот свртен надолу со подготвената површина. Примерокот со било каков неправилен облик секогаш ќе биде поставен нормално на оската на микроскопот и не е потребно прицврстување на примерокот на стаклена плочка.

Стандардни делови на микроскопот се: тубус во кој се сместени објективот, окуларот и вертикалниот илуминатор и за кој обично е поврзан уредот за осветлување со кондензорските леќи, засторите и светлосните филтри, статив, уред за грубо и фино подесување на положбата на тубусот (за изострување на сликата) и работен стол, кој може да се поместува вертикално, а често и хоризонтално во два меѓусебно нормални правци.

Поновите типови на микроскопи можат да се поврзат со компјутер и со соодветен софтвер да се врши анализата на примероците (сл. 15).



a)



б)

Сл. 15. Вертикален микроскоп поврзан со компјутер (а) и примена на софтвер за различни мерења (б)

1.8. Работа со микроскопот

За да се искористат можностите на микроскопот, треба да се следи следната постапка на работа:

1. Во зависност од потребното зголемување се избира комбинација од објектив и окулар. Секогаш треба да се користи објектив со што поголемо и окулар со што помало сопствено зголемување.
2. Уредот за осветлување се подесува така да снопот светлина е центриран во однос на влезниот отвор на вертикалниот илуминатор.
3. Се поставува светлосен филтер кој ја пропушта онаа светлина за која е коригиран објективот – тоа најчесто е зелената или жолто–зелената светлина.
4. Се подесува положбата на рамното рефлектирачко стакло или призмите во вертикалниот илуминатор. При зголемувања над 100x не треба да се користи призма, освен ако треба да се добие подобро осветлување и контраст за сметка на раздвојувањето.
5. Примерокот се поставува на работниот стол на микроскопот.
6. Со поместување на тубусот со помош на уредот за грубо подесување објективот се приближува кон примерокот. Потоа се посматра низ окуларот, а објективот се оддалечува сè додека не се појави сликата. Сликата се изострува со уредот за fino подесување. При грубото подесување на објектив со големо зголемување, треба да се внимава да не дојде до оштетување на леќата со притискање врз примерокот.
7. Од тубусот се вади окуларот и со подесување на кондензорската леќа се изострува ликот на вжештеното влакно од ламбата.
8. Додека окуларот е сè уште надвор од тубусот, се подесува отворот на апертурниот застор, чиј лик се гледа во тубусот, на 75 % од максималниот. Премногу јакото светло не треба да се намалува со апертурниот застор туку со вметнување на матно стакло на патот на светлосниот сноп.
9. Окуларот се враќа во тубусот и отворот на засторот на видното поле се подесува така да се поклопува со димензиите на видното поле.
10. Се изострува центарот на сликата.

Вежба бр. 1

Работа со микроскоп

Цел на вежбата: Да се запознае конструкцијата на металографскиот микроскоп, начинот на ракување, како и можностите и ограничувањата при неговото користење.

Примерок: Сив лив или челик со феритно-перлитна или чисто перлитна структура, полиран и нагрисан.

Средства: Микроскоп, комплет објективи и окулари, пумпичка и четкичка за чистење, хартија за леќите, ксилол.

Постапка при работа: Да се разгледа микроскопот, да се идентификуваат неговите составни делови (статив, тубус, уред за грубо и уред за фино подесување, извор на светлина, вертикален илуминатор, кондензорска леќа, објективи, окулари и филтри) и да се утврди сопственото зголемување на објективите и окуларите.

Примерокот да се испита со употреба на објектив со најмало зголемување во комбинација со сите расположиви окулари. Истото да се повтори со сите расположиви објективи.

На сл. 16 се прикажани средства и начин на чистење на оптичкиот систем на микроскопот.



Сл. 16. Средства и начин на чистење на оптичкиот систем на микроскопот

Задача:

1. Да се наведе типот и марката на микроскопот, да се набројат неговите составни делови и можности, т.е. методите кои можат да се применат, минималното и максималното зголемување и минималната граница на раздвојување.
2. Да се пополни табелата:

Зголемување на објективот	Нумеричка апертура на објективот	Зголемување на окуларот	Вкупно зголемување	Граница на раздвојување

При пресметките на вредностите за последната колона да се користи брановата должина на употребената светлина.

3. Со која комбинација на леќи првпат се забележува ламеларната структура на перлитот? Ако границата на раздвојување на окоето е 0,2 mm да се пресмета растојанието меѓу минимално раздвоените ламели кои се забележуваат како посебни.
4. Што е тоа „празно зголемување“?
5. Што се подразбира под „критично осветлување“?

2. МЕХАНИЧКА ПОДГОТОВКА НА ПРИМЕРОЦИТЕ

Процесот на металографска механичка подготовка на примероците може да се подели на неколку операции:

1. земање примерок;
2. сечење (режење);
3. груба обработка;
4. монтирање;
5. брусење и
6. полирање.

2.1. Земање примерок

Во општ случај, нецелисходно е да се испитува целото парче чија структура не интересира или сите парчиња од серија на исти производи. Затоа вообичаено е земање серија на примероци. Земањето примероци физички е неодоиво од сечењето, но самиот избор на примероци кои влегуваат во серијата, т.н. узоркување, може да се разгледува посебно. Во натамошниот тек на испитувањето погрешниот избор на примероци тешко може да се поправи. Затоа, земањето на примероци, како прв чекор во подготовката на металографски примероци (шлифови), има посебна важност.

При изборот на примероци одлучувачко е дали тие даваат податоци за некое сосема определено место, за поголем подрачје од материјалот или за поголем број исти парчиња во целина. Во првиот случај серијата на примероци (која може да содржи и само еден примерок) мора потполно да го опфаќа даденото место. Во останатите случаи треба да се води сметка од извадената серија примероци да може со сигурност да се донесе заклучок за даденото подрачје или материјалот во целина. За да може ова да се оствари, потребно е серијата да содржи поголем број примероци кои системски ќе бидат одбрани, и тоа во зависност од положбата во однос на насоката на оцврстување, дебелината, површината или правецот на деформација на материјалот.

Кога структурата на материјалот не е доволно позната, при донесувањето на заклучоци можат значително да влијаат

квантитативните, но и квалитативните отстапувања на својствата, кои се неизбежни и најчесто случајни. Сепак, потребната точност на испитувањето може однапред да се обезбеди со статистичките методи кои го одредуваат бројот на примероци и начинот на нивно земање за да се постигне бараната точност.

Проблемот на „узоркување“ се поставува и при снимање на микроструктурата: треба да се сними она што е важно и тоа при соодветно зголемување. Што е важно, а што не, може да се заклучи само на основа на искуство. Не е лесно да се каже и колку изнесува соодветното зголемување. Предност на малите зголемувања е што обезбедуваат подобар увид во структурата во статистичка смисла, додека при поголемите зголемувања полесно се забележуваат најситните детали од микроструктурата. Овој проблем обично се решава со снимање на истиот примерок при различни зголемувања. Меѓутоа, вистински потешкотии се јавуваат кога важните детали се премногу ситни за да се радвојат при мали зголемувања, а се премногу нерамномерно распоредени за да може репрезентативната површина да се опфати со видното поле при поголемо зголемување.

2.2. Сечење

Сечењето најчесто се врши со механички методи и најчесто остава груба и нерамна површина (сл. 17). Примерокот треба да има квадратна или кружна површина чии димензии, по можност, треба да бидат $15 \times 15 \text{ mm}$ односно $\phi = 20 \text{ mm}$. Висината на примерокот треба да биде околу 50 % помала од дијагоналата односно дијаметарот на површината.



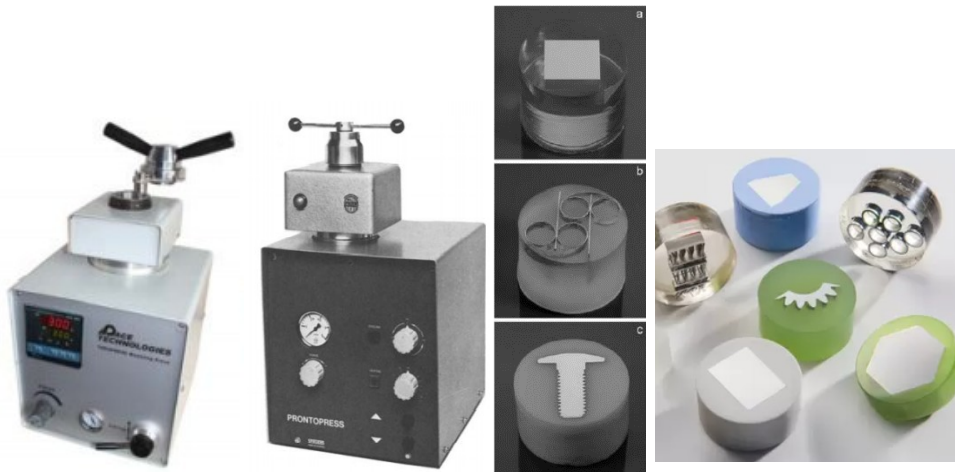
Сл. 17. Изглед на површина при абразивно сечење

2.3. Груба обработка

После сечењето треба да се порамни површината и да се заоблат сите остри рабови со помош на точило или турпија. Ова треба да се направи за да се избегне оштетување на хартијата за брусење или ткаенината за полирање, а може да дојде и до повреда на операторот.

2.4. Монтирање

Многу често примерокот ги нема димензиите наведени претходно, па затоа, за полесно ракување, потребно е да се монтира. Целта на монтирањето може да биде зачувување на ивиците или спречување на деформирање и кршење на примерокот. Може да се изведе на повеќе начини, но најпогодна е методата на монтирање со затопување во цилиндри од пластична маса. Затопувањето во пластична маса може да се направи под притисок на покачена температура или без притисок на собна температура. На сл. 18 е прикажан изглед на преси за монтирање и монтирани примероци.



Сл. 18. Преси за монтирање и монтирани примероци

За затопување под притисок на покачена температура се користат хидраулични преси со уред за загревање. За оваа цел се употребуваат различни видови пластични маси во прашкаст облик. При загревање на температура од 150 до 200 °C пластичната маса се

топи и под дејство на притисокот го пополнува калапот и се прилепува за примерокот. Оцврснувањето настанува или со натамошно загревање (термооцврнувачки маси, обично непровидни, на пр. бакелит) или при ладење (термопластични маси, обично провидни).

Затопување без притисок на собна температура се применува кога примерокот е премногу осетлив за да може да го издржи притисокот или зголемената температура. Се користат провидни и непровидни смоли кои обично се во прашкаст облик. Оцврснуваат со полимеризација после мешањето на прашокот со течниот оцврнувач (сл. 19).



Сл. 19. Ладно монтирање на примероци

По монтирањето, примерокот се бруси и полира со цел прогресивно подобрување на состојбата на површината.

2.5. Брусење

За брусење се користат абразивни честички од силициум карбид (SiC), шмиргла (Al_2O_3 со додаток на $10 \div 15\%$ Fe_2O_3) или корунд (Al_2O_3) кои се прицврстени на подлогата, која е хартиена или платнена. Квалитетот на површината кој се добива со брусењето е ограничен и се подобрува со полирањето. Полирањето може да биде механичко (абразија со слободни честички на соодветна подлога), хемиско или електрохемиско.

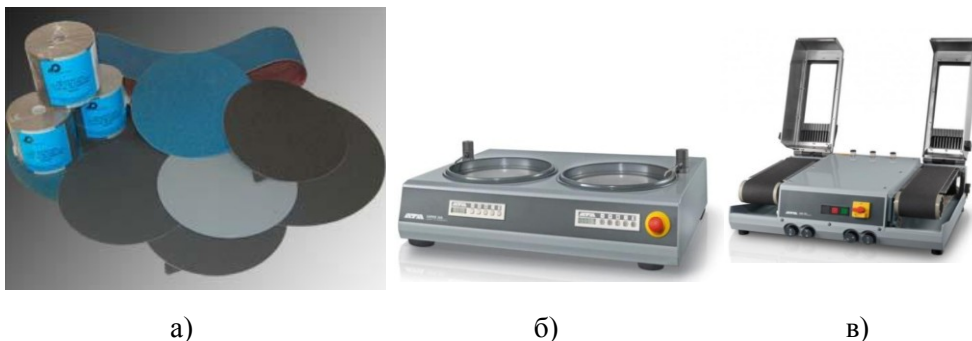
На прв поглед се чини дека целта на целиот процес на подготовка на примерокот е да се исполни барањето површината да биде рамна и огледално сјајна. Меѓутоа, целта на микроскопското испитување е да се определи вистинската структура на материјалот во рамнината на сечење, а тоа не може да се направи ако исполираната

површина не е во секој поглед идентична на оваа рамнина пред сечењето. На тој начин за квалитетот на површината на примерокот се наметнуваат и следните барања:

- површината не смее да има гребнатини (рисеви), флеки (мрљи) и други грешки;
- сите неметални вклучоци на површината мора да останат недопрени;
- горните слоеви на металот не смеат да бидат деформирани.

При сечењето, монтирањето, брусењето и полирањето може да дојде до загревање на примерокот. Доколку постои можност со загревањето да дојде до промена на структурата на примерокот, неопходно е тоа да се спречи со ладење при обработката и ладно монтирање.

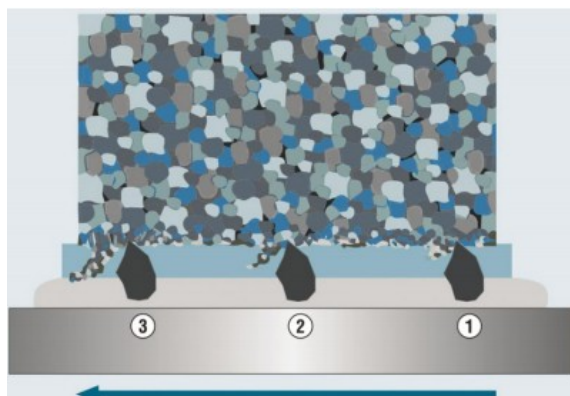
Најдобро средство за брусење е водоотпорната силициум карбидна брусна хартија (сл. 20а). За време на брусењето таа може да се прелева со вода, која го лади примерокот и спречува да не дојде до натрупување на продуктите од брусењето (мокро брусење). Шмирглата е полошо средство за брусење на примерокот и бруси поспоро во однос на силициум карбидната хартија.



Сл. 20. Брусна хартија во облик на каиши и дискови (а), уред за брусење со дискови (б) и уред за брусење со каиши (в)

При брусењето зрната од абразивното средство од брусната хартија навлегуваат во материјалот на примерокот што се бруси, зафаќаат од зрната на примерокот и ги откинуваат (сл. 21). Брусењето

се врши на серија од брусни хартии со различна големина на абразивните зрна одејќи од покрупни кон поситни.



Сл. 21. Шематски приказ на процесот на брусење

Ознаките за силициум карбидната брусна хартија се 180, 240, 320, 400, 600 итн., а на нив одговараат големина на абразивните зрна од 70, 58, 29, 23 и 17 μm .

Целта на брусењето е да се отстрани нерамниот и длабоко деформиран слој заостанат после грубата обработка, што се постигнува со брусење на хартии погруби од 240, и да се добие рамна површина со што е можно поплитки рисеви и што потенок деформиран слој што се постигнува со натамошно брусење со поситни брусни хартии. Секоја брусна хартија симнува слој од металот, но предизвикува деформација на примерокот до извесна длабочина. Со брусење на следната брусна хартија мора да се симне слојот кој е деформиран при брусењето со претходната брусна хартија, но при ова примерокот повторно се деформира до извесна, но помала длабочина. По брусењето на површината на примерокот се наоѓа многу деформиран тенок слој од ред на големина десети делови од микрон.

2.6. Полирање

По брусењето површината на примерокот се полира со водена суспензија од глиница (Al_2O_3) или магнезиум оксид (MgO), или пак со дијамантска паста (дијамантски прав суспендиран во многу вискозен носач) на ткаенина за полирање (филц, плиш, билијарско платно, свила) (сл. 22). Заради побрзо и поквалитетно полирање на површината

операцијата на полирање се изведува во два чекори, грубо и завршно полирање.

Задача на грубото полирање е во целост да се отстрани релативно длабокиот деформиран слој кој што е заостанат после брусењето. Квалитетот на исполираната површина ќе зависи, пред сè, од ефикасното отстранување на овој слој. Затоа грубото полирање е најделикатната операција во механичката подготовка на примерокот.



Сл. 22. Платна за полирање (а), глиница (б) и уред за полирање (в)

За грубото полирање се користи глиница со големина на честичките од 1 до 10 μm . Притоа, брзината на симнување на материјалот од површината е неколку пати помала од брзината на симнување при брусење со најфината брусна хартија. Многу побрзо симнување на материјалот се постигнува со дијамантска паста (1 до 10 μm) на рамна, глатка ткаенина. Освен пократкото полирање, со дијамантската паста се постигнува и порамна површина и подобро зачувување на вклучоците и рабовите на примерокот. По грубото полирање на површината на примерокот остануваат траги од абразивното средство (рисеви) и многу тенок деформиран слој со дебелина од 5 до 10 nm.

Завршното полирање има за цел да ги отстрани рисевите и деформираниот слој по грубото полирање и притоа зад себе да остави што поплитки рисеви и што потенок деформиран слој. За завршното полирање се применува глиница со големина на честичките од 0,1 до 0,3 μm или магнезиумоксид на мека ткаенина со подолги влакненца.

2.7. Постапка при брусее и полирање

Широкиот спектар на механички својства и структурни карактеристики на различните метали и легури бара прилагодување на начинот на подготовка за секој случај посебно.

Брусеењето може да се изведува рачно, со поставување на брусна хартија врз рамна површина, најчесто стакло, со помош на дискови кои ротираат со различна брзина, или автоматски (сл. 23).

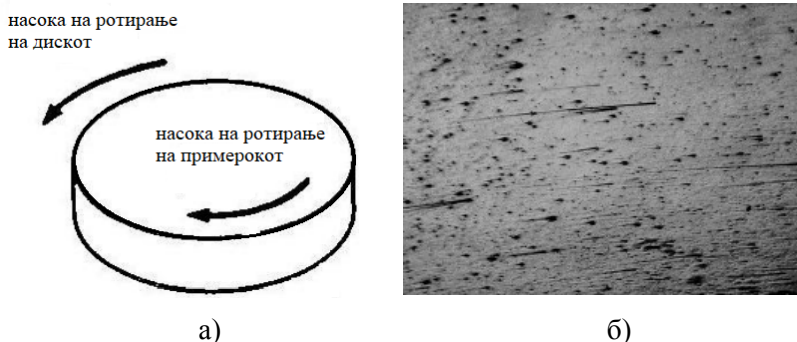


Сл. 23. Систем за целосно автоматско брусеење и полирање

Кај рачното брусеење најгрубата брусна хартија се поставува на тврда рамна подлога, на пр., стаклена плоча, и се прелива со вода. Примерокот рамномерно се притиска и се движи преку брусната хартија во права линија, при што се внимава да не дојде до искривување на површината, па наместо една да се добијат повеќе рамнини поставени под одреден агол. Кога примерокот целосно ќе се израмни и кога ќе се отстранат сите траги од грубата обработка, примерокот се свртува за 90° и повторно се продолжува со брусеење сè додека не се отстранат сите рисеви од брусеењето во претходниот правец. Потоа примерокот и рацете се мијат за да се отстранат честичките од силициумкарбид и се продолжува со брусеење на следната, поситна брусна хартија. Откако ќе се заврши брусеењето и на најситната брусна хартија примерокот внимателно се мие со цел честичките од брусната хартија да не се пренесат на ткаенината за полирање.

Ткаенината за полирање се поставува на дискот за полирање кој може да ротира со различна брзина. На ткаенината се наносува суспензија од абразивното средство или од дијамантската паста. Примерокот се движи во правец спротивен од движењето на дискот

(сл. 24а) и дополнително, се движи континуирано напред-назад меѓу центарот и периферијата на дискот за да се обезбеди рамномерна дистрибуција на средството за полирање и униформно абеење на платното за полирање. Главна причина за ротирање на примерокот е да се спречи создавање на комети на површината на примерокот (сл. 24б). Полирањето продолжува до целосно отстранување на слојот деформиран при брусењето. Во текот на полирањето се додава од средството за полирање. После полирањето примерокот се мие, се потопува во алкохол, се суши во топол воздух и се чува во ексикатор за да се спречи оксидација на површината.



Сл. 24. Движење на примерокот во однос на дискот (а) и комети создадени во површината на примерокот (б)

Времетраењето на грубото полирање е многу осетливо прашање. Имајќи во предвид дека задача на грубото полирање е целосно отстранување на деформираниот слој, а не само рисевите од брусењето, станува јасно дека времето на полирање треба биде подолго од времето потребно за отстранување на рисевите, и тоа толку подолго колку е помек металот. Притисокот треба да биде доста силен бидејќи со тоа се смалува создавањето релјеф на површината. Меѓутоа, ако притисокот е многу голем, при полирање на помек метал, може да дојде до втиснување на честички од абразивното средство во металот.

Завршното полирање треба да биде што пократко, само додека да се отстранат рисевите од грубото полирање. Притисокот и овде треба да биде силен. Погодно е притисокот да се намалува сè до 0, во

тек на 10 до 20 секунди. Во текот на завршното полирање примерокот треба повремено да се посматра под микроскоп (зголемување од 100x) за да се утврди дали е постигнат бараниот квалитет на површината.

При подготовката на примерокот не смеат да се изостават: заоблување на рабовите, миеење помеѓу поединечните операции на брусеење и полирање и вртење на примерокот. Исто така, мора да се спречат: неоправдано продолжување на поединечните операции на брусеење и полирање, загревање на примерокот, оштетување на брусната хартија или ткаенината за полирање.

Кај автоматското брусеење и полирање се подобрува репродуктивноста на квалитетот на површината.

Вежба бр. 2

Механичка подготовка на примероци за микроскопски испитувања

Цел на вежбата: Да се запознае вообичаената техника за механичка подготовка на примероци и да се согледа разликата меѓу примероци со мала и голема тврдина.

Примероци:

1. Нискојаглероден челик со $0,06 \div 0,12$ % C во нормализирана состојба.
2. Среднојаглероден челик со $0,42 \div 0,5$ % C, закален во вода.

Средства: Микроскоп, брусни хартии со различна големина на зрно, уред за полирање, водена суспензија од глиница, 1%-тен нитал, фен, штопераца, петриево стакло, пинцета, памук, филтер-хартија, алкохол.

Постапка при работа: Примероците се брусат и полираат. Полираната површина се посматра под микроскоп при зголемување од 100x. Потоа примероците се нагризуваат со нитал. Времето на нагризување се определува со периодично посматрање на примерокот под микроскоп, но како минимум се зема 5 секунди. Микроструктурата на нагризаните примероци да се испита под соодветно зголемување.

Задача:

1. Внимателно да се испитаат и опишат ненагризаните површини на примероците при зголемување од 100x. Дали се присутни некои грешки и за какви грешки станува збор?
2. Дали постои разлика во брзината на нагризување на двата примероци и дали се забележува склоност кон обојување?

2.8. Развивање на структурата

Полираната површина на примерокот треба да се испита под микроскоп пред да се пристапи кон следниот чекор – нагрзување. Вклучоците, прснатините и други грешки полесно се забележуваат на полирана површина отколку после нагрзувањето, а нивната распределба е позабележителна. Можат да се забележат конституенти кои имаат различна боја од онаа на основата и конституенти кои имаат поголема или помала тврдина од основата, па во текот на подготовката станале поизвишени односно вдлабнати (релјеф).

2.8.1. Хемиско нагрзување

Хемиското нагрзување е вообичаена метода за откривање (развивање) на структурата на полираните примероци. Реагенсите за нагрзување се органски или неоргански киселини, алкалии или други комплексни супстанции растворени во вода, алкохол, глицерин или во мешавина од овие супстанции. Тие делуваат со постепено растворање на металот од површината, при што брзината на растворање зависи од локалните карактеристики на материјалот. Во чистите метали или хомогените еднофазни легури нагрзувањето полека напредува, при што зрната побрзо се раствораат на местата на допир со другите зрна отколку во својата внатрешност, со што постепено се откриваат границите на зрната (нагрзување на граници на зрна). Во некои случаи, на пр. кај алуминиумот, границите на зрната многу тешко се откриваат на овој начин. Тогаш треба да се користи таков реагенс за нагрзување чие влијание квантитативно или дури и квалитативно е различно врз зрната со различна ориентација.

Границите на зрна тогаш се забележуваат благодарение на тоа што соседните зрна од металот кои имаат различна ориентација ја рефлектираат светлината со различен интензитет или пак рефлектираат различни бранови должини од светлината (нагрзување на површината на зрната). Во првиот случај зрната се потемни и посветли, а во вториот се различно обоени. Промените во интензитетот на рефлектираната светлина настануваат како резултат на оптичката анизотропија на материјалот, селективно таложење на продуктите од хемиската реакција на нагрзувањето, или од некои други причини. Различното обојување на зрната најчесто е резултат на создавање на

оксидни слоеви со променлива дебелина во која светлината интерферира.

Сите опишани ефекти може да се појават и при нагризување на повеќефазни легури. Заради различната кристална структура и различниот хемиски состав на одделните фази, овие ефекти можат да бидат дури и многу поизразени. Испитувањето на посложените системи, кое е покомпликувано од испитувањето на едноставните системи, честопати во голема мера е олеснето од карактеристичното однесување на нивните конституенти.

Брзината на нагризување во повеќефазните легури се зголемува ако фазите во системот имаат различни електродни потенцијали, што е и најчест случај. Електропонегативната и електропозитивната фаза и средството за нагризување како електролит образуваат микрогалвански елемент што доведува до брзо растворање на електропонегативната фаза. Во табела 1 се дадени најчесто користените средства за нагризување.

Табела 1. Најчесто користени средства за нагризување

Средство за нагризување	Состав	Примена	Услови
Нитал	100 cm ³ етанол, 1 ÷ 10 cm ³ HNO ₃ .	Развивање на микроструктурата (после сите видови термичка обработка).	Неколку секунди до неколку минути.
Пикрал	100 cm ³ етанол, 2 ÷ 4 g пикринска киселина (кристали).	Се препорачува за легури кои содржат ферит и карбиди.	Неколку секунди до неколку минути (да не се остави да кристализира или исуши, затоа што е експлозивен).
Keller -ов реагенс	2 cm ³ HF, 3 cm ³ HCl, 5 cm ³ HNO ₃ ,	Легури на алуминиум и титан.	Со потопување од 10 до 30 s.

	190 cm ³ дестилирана вода.		Да се користи само свеж реагенс.
Vilella реагенс	45 cm ³ глицерин, 15 cm ³ HNO ₃ , 30 cm ³ HCl.	Корозискоотпорни челици, јаглеродни челици, леено железо.	Неколку секунди до неколку минути.
Kroll -ов реагенс	92 cm ³ дестилирана вода, 6 cm ³ HNO ₃ , 2 cm ³ HF.	Титан	15 секунди.
Lepito реагенс	50 cm ³ оцетна киселина, 50 cm ³ азотна киселина.	Високотемпературни челици.	
Marble реагенс	50 cm ³ дестилирана вода, 50 cm ³ HCl, 10 g CuSO ₄ .	Никел, легури на никел-бакар, никел-железо.	Со потопување или бришење за време од 5 ÷ 60 s.
Kalling-ов реагенс 1	33 cm ³ дестилирана вода, 1,5 g CuCl ₂ , 33 cm ³ HCl, 33 cm ³ етанол.	Мартензитни корозискоотпорни челици. Мартензитот ќе биде темен а феритот ќе биде обоен.	Со потопување на 20 °C.
Kalling-ов реагенс 2	5 g CuCl ₂ , 100 cm ³ HCl, 100 cm ³ етанол.	Дуплекс корозискоотпорни челици, никел-бакар легури.	Со потопување на 20 °C.
Алкален раствор на натриум пикрат	25 g натриум хидроксид, 75 cm ³ дестилирана вода. На 100 cm ³ од овој раствор: 2 g пикринска киселина. Да се дигерира 30 min на водена бања.	Докажување цементит (и нитрид на железото).	Се нагризува со свеж реагенс 30 s на 90 °C. Цементитот е обоен, нитридот на железото слабо обоен.

Ефектите од хемиското нагризување понекогаш се многу осетливи на промените на хемискиот состав, при што можат да се забележат нехомогености во рамките на една фаза (сегрегација).

За практични цели пожелен е реагенс кој потребниот ефект ќе го направи за време не пократко од 10 s и не подолго од 2 min. Нагризувањето, ако е потребно, може да се успори доколку за подготовка на реагенсот наместо вода се користи некој погоден органски растворувач. Во исто време, со ова се постигнува и порамномерно нагризување и послабо обоени површини отколку со водени раствори.

Составот на реагенсот за нагризување и времето, односно длабочината на нагризување, зависат од составот и состојбата, односно структурата на металниот примерок и од зголемувањето при кое ќе се испитува примерокот. Ако примерокот се испитува макроскопски, тогаш примерокот длабоко се нагризува за да се зголеми контрастот на деловите кои се нагризуваат со различна брзина. За зголемувања од 50 до 100 пати, примерокот се нагризува умерено длабоко за да се добие контраст. Структурите кои треба да се испитуваат при зголемување од 500 до 1000x, при контрастното нагризување може да дојде до губење на деталите. Освен тоа, со јакото нагризување разликите во висините на деталите на површината на примерокот стануваат поголеми од длабочината на фокусот на објективот, со што се влошува длабинската острина на сликата. Во ваков случај се применува релативно слабо нагризување.

Времето потребно за да се добие посакуваниот степен на нагризување зависи од состојбата на примерокот. Општо земено, времето за нагризување е дотолку подолго доколку структурата е поблиска до рамнотежната. Значи, жарените структури бараат подолго, а деформираните и калените, пократко време за нагризување.

Постапка на работа при нагризување

Сув и чист примерок се потопува во плиток сад со реагенс така што целата подготвена површина да е натопена. Ако нагризувањето трае подолго примерокот треба благо да се поместува за да дојде до извесно мешање на реагенсот, но треба да се внимава да не дојде до оштетување на површината. По истекот на времето за нагризување

примерокот детално се мие под млаз на проточна вода, се плакни со алкохол и се суши во струја од топол воздух. При сушењето примерокот треба да се постави така што струјата од топол воздух ќе го потискува алкохолот на една страна од подготвената површина, на која треба да се стави филтер хартија. На тој начин се избегнува создавање на мрљи (флеки) од исушените капки. Сушењето на останатите делови од примерокот треба да се олесни со филтер хартија, но подготвената површина не треба да се допира.

Во вкупното време за нагризување треба да се смета и времето кое поминува од вадењето на примерокот од садот до испирањето во вода, бидејќи тенкиот филм од реагенс врз површината продолжува со нагризувањето сè додека целосно не се отстрани.

Ако нагризувањето, во зависност од избраното средство, се врши на температура поголема од собна, тогаш не е доволно да се загрее само реагенсот туку на пропишаната температура треба да се загрее и примерокот, бидејќи тој има доволно голем топлотен капацитет и проводливост да го излади тенкиот контактен слој од реагенсот. Најдобро е примерокот да се загрее со држење во вода на соодветна температура.

Кога површината на примерокот има тенденција да се пасивира во некој реагенс може да дојде до нерамномерно нагризување. Во тој случај најдобро е примерокот неколку секунди да се трие со памук натопен со средството за нагризување додека не се забележи дека почнува нагризувањето (нагризување со триење). Нагризувањето продолжува во садот со реагенсот.

Бидејќи изгледот на структурата во голема мера зависи од постапката на нагризување, под фотографијата треба да се наведе реагенсот кој е користен при нагризувањето, како и температурата и времето.

Вежба бр. 3

Хемиско нагризување

Цел на вежбата: Да се запознае техниката на работа при нагризување на некои стандардни материјали.

Примероци:

1. Црн темпер лив (2,2 ÷ 2,8 % C, 0,9 ÷ 1,4 % Si, 0,2 ÷ 0,5 % Mn), леена состојба.
2. Надевтектоиден челик (околку 1,5 % C), нормализирана состојба.
3. Дуралуминиум (4,0 ÷ 4,5 % Cu, 1,0 ÷ 1,5 % Mg, остатокот Al), деформирана состојба, ладена на воздух.

Средства: Микроскоп, прибор за брусење и полирање, средство за нагризување, решо.

Постапка при работа: При ракувањето со реагенси кои содржат HF киселина треба да се биде посебно внимателен – да се внимава да не дојде во контакт со кожата.

Сите примероци првин се испитуваат во ненагризана состојба при соодветно зголемување. Потоа примероците се нагризуваат:

- Примерокот од црн темпер лив се нагризува со нитал и се испитува под микроскоп,
- Примерокот од надевтектоиден челик се нагризува со нитал, се испитува под микроскоп. Потоа примерокот се бруси на брусна хартија 600, се полира и се нагризува во алкален раствор на натриумпикрат и повторно се испитува под микроскоп. Нагризувањето во пикратот се врши на 90 °C.
- Примерокот од дуралуминуим се нагризува во Келеров реагенс и се испитува под микроскоп.

Доколку некој примерок е премногу нагризан, треба да се избруси, исполира и повторно да се нагриза пократко време.

Задача:

1. Под секоја слика, покрај вообичаените податоци, да се наведе и времето на нагризување.

2. Да се споредат различните ефекти на ниталот и пикратот на структурата на надетектоидниот челик и да се продискутираат.

2.8.2. Електролитичко полирање и нагризување

Електролитичкото полирање е алтернативна метода на механичкото полирање и често овозможува полесно и побрзо да се постигне саканиот квалитет на површината. Овој начин е погоден за сервиска подготовка на голем број слични примероци.

Општиот принцип е ист за сите метали. Во електролитичка ќелија примерокот се поставува како анода, додека како катода најчесто се користи платина или некој друг метал – во зависност од природата на металот што се електрополира (сл. 25). Анодата и катодата се вртнуваат во електролит чиј состав зависи од природата на металот што се електрополира. Ќелијата се напојува од извор на еднонасочна струја. Потребниот напон се подесува со потенциометар.

Со електролитичкото полирање се спречува создавањето на деформиран слој и затоа е идеална метода за подготовка на меките метали и некои еднофазни легури, како и легура чија структура се менува под влијание на деформацијата во површинскиот слој. Електролитичко полирање може да се прави и на повеќефазни легури, но под услов да не постојат значителни разлики меѓу електродните потенцијали на фазите кои се присутни во структурата. Меѓутоа, ако во структурата има неметални вклучоци, ситни шуплини и пукнатини или сегрегации и ако е битно тие да останат зачувани, да се гледаат јасно и во вистинската големина, тогаш електролитичкото полирање станува речиси неупотребливо. Во вакви случаи може да се искористи само за краткотрајно отстранување на најситните рисеви и многу тенкиот деформиран слој после механичкото полирање.



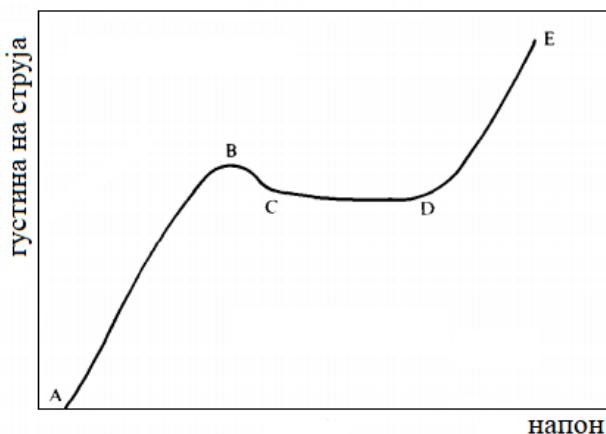
Сл. 25. Ќелија за електрополирање и контролна единица

Со електролитичкото полирање можат да се отстранат само многу ситни неправилности од површината. Дури и самото тоа

предизвикува блага брановидност на површината, што ја прави неприменлива кога се бара многу рамна површина за испитување под големи зголемувања. Тешкотии може да предизвикаат и неизбежното заоблување на рабовите, создавање нерамнини заради лепење на меурчиња или локална пасивација, хемиска контаминација од електролитот и др.

При анодното растворање во соодветен електролит под одредени услови продуктите од анодната корозија создаваат слој со одредена дебелина во кој е зголемена концентрацијата на металните јони. Овој слој има поинакви својства (вискозност, густина, отпор и сл.) од другиот дел на електролитот. Заради присуството на микронерамнините на брусената површина, овој слој има нерамномерна дебелина. Најдебел е на местата каде што постојат вдлабнатини на површината, а најтенок е на испакнатините. Бидејќи густината на струјата е поголема на микроиспакнатините, на овие места ќе настане и поинтензивно растворање на металот. Поради ова, растворањето на испакнатите места ќе се одвива со поголема брзина од растворањето на вдлабнатините, што доведува до ефект на израмнување на површината.

Најважен фактор кој придонесува за успешно електролитичко полирање е односот меѓу густината на струјата и напонот за даден електролит и геометрија во ќелијата. Успешно полирање е обезбедено кога промената на напонот нема значително влијание врз густината на струјата. На сл. 26 е прикажана крива густина на струја–напон на која се означени карактеристичните подрачја.



Сл. 26. Крива напон – густина на струја

A–B: подрачје во кое со зголемување на напонот се зголемува и густината на струјата. При овие услови настанува рамномерно растворање на површината на анодата, поради што тоа не се користи за електрополирање. Може да се користи за нагризување на површината на исполираниот примерок.

B–C: подрачје кое се карактеризира со појава на максимум при кој врз површината на примерокот што се електрополира најчесто се формира темно обоен растресит слој, кој отпаѓа од површината кога ќе се помине максимумот.

C–D: подрачје во кое со зголемување на напонот густината на струјата практично останува константна (формирање на т.н. плато на електрополирање. Ширината на ова подрачје зависи од природата на металот што се електрополира и типот на електролитот што се користи и може да изнесува од стотици mV до неколку V.

D–E: подрачје во кое со зголемување на напонот се зголемува и густината на струјата. Покрај процесот на растворање на анодата се одвива и процес на издвојување на кислород. Поради ова, површината на примерокот станува сјајна, но со појава на кратери заради издвојувањето на кислород.

Постапка на работа при електролитичко полирање и нагризување

Површината на примерокот се бруси на истиот начин како и за механичкото полирање. Доколку се претпостави дека долготрајното полирање би можело да создаде некои грешки, пожелно е примерокот да се исполира механички со најгрубото абразивно средство и така да се скрати потребното време на полирање.

Кај монтираните примероци треба да се обезбеди електричен контакт со задната страна со бушење на пластиката и вметнување на метален проводник.

Со помош на држач, примерокот се поставува во келијата како анода на растојание $2 \div 3$ cm од катодата. Треба да се внимава примерокот да биде подалеку од дното и површината на купатилото и да биде поставен кон средината на катодата, така електричното поле, а со тоа и полирањето, ќе бидат порамномерни по површината на примерокот. Се вклучува мешалка и се поставува така што електролитот рамномерно да струи преку површината на примерокот.

Потенциометарот се поставува на вредност потребна да се постигне потребниот напон и се вклучува струјното коло. Полирањето започнува кога напонот ќе го достигне платото на кривата густина на струја–напон. Во текот на полирањето треба да се внимава напонот да не ја надмине горната страна на платото, што веднаш ќе се забележи по наглиот пораст на струјата и напонот и издвојување на меурчиња на примерокот, кој одеднаш од сјаен ќе стане мат. Во тој случај полирањето мора веднаш да се прекине, да се прегледа примерокот и да се утврди дали треба повторно да се бруси.

По истекот на предвиденото време на полирање се прекинува струјното коло, мешалката се исклучува, примерокот се вади, добро се мие со вода, потоа со алкохол и се суши. Сувиот примерок е подготвен за хемиско нагризување.

Примерокот може да се нагризува и електрохемиски, со смалување на напонот под долниот крај на платото, и тоа дури без прекинување на струјното коло после полирањето. Времето потребно за нагризување е многу пократко од времето на полирање, обично е под 60 s. При работата треба да се внимава мешалката да биде вклучена пред струјата и исклучена по струјата, никако обратно.

Вежба бр. 4

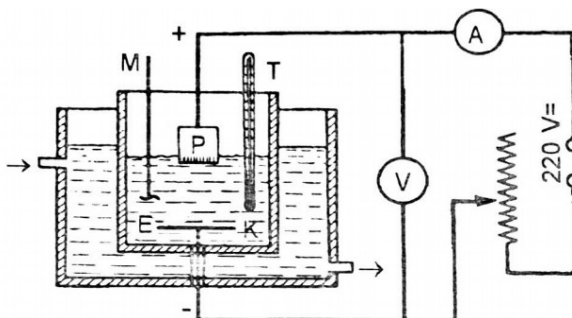
Електролитичко полирање и нагрзување

Цел на вежбата: Да се запознае едноставната шема на поврзување при електролитичкото полирање, начинот на определување на условите на полирање и нагрзување и техниката на работа.

Примерок: Електролитички бакар, деформирана и жарена состојба.

Средства: Микроскоп, прибор за брусење, исправувач на наизменична струја, променлив отпорник, електрична мешалка, штоперица, статив, клечи, лим од бакар за анода, платина како катода, електрични проводници, стаклена чаша од 500 ml, мензура, ортофосфорна киселина со густина од $1,71 \text{ g/dm}^3$.

Постапка при работа: Апаратурата да се состави според шемата од сл. 27. Да се подготви електролит со состав: 700 ml H_3PO_4 , 300 ml H_2O , околу 5 g бакар и да се олади на собна температура. Бакарот да се внесе со растворање на анода од бакар или со додавање на стар електролит. Примерокот се поставува во келијата и се сипува електролитот. Треба да се провери дали површината на примерокот е чиста – без меурчиња кислород, и почнувајќи од ниските вредности на напонот, се одредуваат парови од вредности струја–напон за конструирање на кривата, се запишуваат и соодветните положби на отпорникот. Кога ќе почнат да се јавуваат меурчиња гас, се прекинува со работа. Се конструира кривата густина на струја–напон и се избира вредноста на напонот близу горната страна на платото при која ќе се врши полирањето (околу 1,8 V) и вредноста под долната страна на платото при која ќе се врши нагрзувањето (околу 0,8 V).



Сл. 27. Шематски приказ на апаратура за електрополирање

Примерокот се бриси и повторно се поставува во ќелијата во истата положба во однос на катодата. Отпорникот се поставува во положбата во која напонот ја достигнува избраната вредност за полирање или во нешто повисока положба и се вклучува струјното коло. Кога напонот ќе ја достигне избраната вредност, се коригира положбата на отпорникот за да не дојде до надминување на оваа вредност. Полирањето се прекинува после 10 min, а состојбата на примерокот се контролира под микроскоп. Во зависност од квалитетот на површината, се одлучува дали полирањето ќе продолжи или не.

Примерокот се поставува во ќелијата и се нагризува со подесување на напонот на вредноста избрана за таа намена. Се нагризува 30 s и се контролира под микроскоп. Ако е потребно, нагризувањето се продолжува. На крај примерокот се мие, суши и се испитува под микроскоп.

Задача:

1. Резултатите од одредувањето на кривата густина на струја–напон да се прикажат табеларно и графички. Да се наведат условите на полирањето: состав на електролитот, напонот на полирање и нагризување, растојанието примерок – катода, површината на примерокот.
2. Врз основа на испитувањето под микроскоп да се процени дали при електролитичкото полирање се создаваат некои грешки. За какви грешки станува збор и зошто настануваат?

3. КВАНТИТАТИВНА МЕТАЛОГРАФИЈА

Потполно и точно дефинирање на микроструктурата овозможува примената на квантитативната металографска анализа. Квантитативниот приказ на микроструктурните карактеристики се постигнува со соодветно мерење и определување на геометриските параметри на микроструктурата. Бидејќи сите параметри на структурата се тродимензионални, за потполна анализа неопходен е тродимензионален опис. Меѓутоа, мерење на тродимензионалните параметри е можно само во неколку случаи. Најчесто проценката на тродимензионалната внатрешна градба на материјалот се изведува врз основа на анализата на дводимензионалниот пресек низ материјалот. Податоците од дводимензионалните мерења на структурните компоненти со примена на стереометриските методи, засновани на законите на геометриска веројатност, успешно се преведуваат во тродимензионални. Добиените резултати натаму овозможуваат потполно квантитативно дефинирање на соодветните геометриски параметри.

За определување на параметрите во стереометриската металографија се применува планиметриската, линиската, точката и методата на случајни пресеци.

Кај планиметриската метода се мери сумарната површина на сечење на микрочестичката од соодветниот микроконституент (или фаза) на определена површина од металографскиот примерок. Постојат различни варијанти на оваа метода, но кај сите точноста и веродостојноста на определувањето зависат од бројот на измерените пресеци на микрочестичките на анализираниот микроконституент. Планиметриската метода е доста ефикасна при мала содржина на анализираната фаза во легурата и во такви случаи е посигурна од линиската и точката метода.

Линиската метода се сведува на мерење и сумирање на должините на отсечките на права линија која минува низ определен микроконституент (или фаза) на определена должина на права линија. Посматраната структура се сече со права линија или повеќе прави линии. Одвоено се сумираат должините на отсечките за секоја од фазите и збиравите се делат со вкупната должина на линиите на сечење. Линиската метода е особено ефикасна при анализа на структури кај кои микроконституентите имаат плочест распоред.

Точкастата метода базира на стереометриските односи согласно на кои уделот на фазата во волуменот на легурата, на површината на примерокот, на линиите на сечење и уделот на случајните точки што припаѓаат на соодветната фаза се меѓусебно еднакви. Ако испитуваната легура се состои од повеќе од два микроконституенти, тогаш треба да се определи бројот на јазолните точки кои припаѓаат на секоја од фазите.

Методата на случајни пресеци е предложена од Салтиков, а се состои во тоа што сумарната површина на единица волумен, S_V , (mm^2/mm^3) е еднаква на удвоениот број точки, P_L , на сечење на случајни пресечни линии со тие површини во однос на единица должина од пресечните линии:

$$S_V = 2P_L \quad (7)$$

Овој однос важи само кога се исполнети следните услови: линиите на сечење се протегаат произволно во просторот и секоја положба е подеднакво веројатна, а со тоа подеднакво веројатен е и секој агол на пресек во просторот на линијата на сечење со елементарните површини на граничните површини. Ваквото барање е исполнето само кога граничните површини немаат никаква ориентација во просторот.

Првиот стереометриски однос го поставил французинот М. Delesse уште во 1848 год. Тој покажал дека волуменскиот удел на конституентот во хомоген агрегат е еднаков на уделот на површината на случајниот пресек низ материјалот зафатен од тој конституент (планиметриска метода).

Нов концепт на определување на волуменскиот удел вовел А. Rosiwal во 1898 г. Неговата метода (метода на линеарна анализа) се заснова на мерење на должините на отсечоците, кои мерната линија ги отсекува на профилите на конституентот во мерната рамнина.

Методата е крајно поедноставена од страна на Е. Thompson, 1930 год. и А.А. Glagolev, 1932 ÷ 1934 год. и сведена е на броење точки кои паѓаат на пресеците на испитуваниот микроконституент. Вистински развој на стереометријата се случува дури по 1945 год. кога С.А. Салтыков поставува и воведува нови стереометриски методи. Она што треба да се истакне е дека до развој на нови методи во стереометријата доаѓало првенствено во самата пракса. Практичното

решение на некој проблем наоѓало теоретска потврда дури многу години подоцна.

Точноста и веродостојноста на направените мерења зависи од бројот на анализираните мерни полиња, колку поголем број мерења, толку поголема веродостојност. Средната аритметичка вредност, \bar{x} , се пресметува од изразот:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (8)$$

каде x_i се индивидуалните вредности, а n е бројот на мерењата.

Стандардната девијација, s , која претставува мерка за отстапувањата на вредностите на поединечните мерења од средната вредност, се пресметува од формулата:

$$s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (9)$$

s всушност претставува стандардна девијација од популација σ од која се добиени податоците. Кога се зголемува бројот на мерењата, разликата меѓу s и σ станува незначителна. Ако тест-податоците покажуваат нормална распределба (дистрибуција) околу средната вредност, се добива дека 67 % од измерените вредности паѓаат во областа плус или минус една стандардна девијација ($\sigma_x \pm s$), приближно 95 % ќе паѓаат во областа $\sigma_x \pm 2s$ и 99 % во областа $\sigma_x \pm 2,57s$. Кога средните вредности значително се разликуваат, тешко може да се споредуваат стандардните девијации. Затоа, стандардната девијација се нормализира со делење на s со средната вредност \bar{x} и оваа вредност се изразува во %. Овој однос се нарекува коефициент на варијација (CV):

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100 \quad (10)$$

Всушност, 95 % граница на доверба (confidence limit), (CL) и релативната грешка, (% RA), се определуваат од изразите:

$$95\%CL = \frac{ts}{(n-1)^{\frac{1}{2}}} \quad (11)$$

$$\%RA = \frac{95\%CL}{\bar{x}} \cdot 100 \quad (12)$$

Вредноста на t се менува со бројот на мерењата.

Бројот на полиња кои треба да се измерат за да се добие бараната точност во интервалот на доверба од 95 % може да се одреди од изразот:

$$n = \left(\frac{200}{\%RA} \cdot \frac{s}{\bar{x}} \right)^2 \quad (13)$$

Со цел полесно комуницирање и разбирање, се прават напори да се воведат стандардни симболи и да се дефинираат основните стереометриски поими. Меѓутоа, и покрај настојувањата на Меѓународното друштво за стереометрија, системот на означување сè уште не е целосно усогласен.

Табела 2. t вредности за пресметување граница на доверба

n'	Интервал на доверба 95 %	n'	Интервал на доверба 95 %
1	12,706	18	2,101
2	4,303	19	2,093
3	3,182	20	2,086
4	2,776	21	2,080
5	2,571	22	2,074
6	2,447	23	2,069
7	2,365	24	2,064
8	2,306	25	2,060
9	2,262	26	2,056
10	2,228	27	2,052
11	2,101	28	2,048
12	2,179	29	2,045
13	2,160	30	2,042
14	2,145	40	2,021
15	2,131	60	2,000
16	2,120	120	1,980
17	2,110	∞	1,960

$$n' = n-1$$

Квантитативното определување на параметрите на тродимензионалната градба на материјалот се изведува врз основа на податоците за параметрите на дводимензионалната структура во рамнината на пресек. Рамнината со која се сече материјалот е наречена мерна рамнина. Пресекот на структурната компонента во мерната рамнина се нарекува профил или трага. При стереометриските мерења на површината на испитуваниот пресек се поставува мерен систем, кој всушност претставува збир од геометриски елементи (точки, прави или кружни линии) распоредени на одреден правилен начин. Референтниот простор во кој се одредуваат карактеристиките на структурните компоненти, измерени со мерниот систем се нарекува референтен систем.

Геометриските параметри се означуваат со соодветни симболи. Петте основни симболи кои се применуваат се:

- P – точка;
- S – закривена површина;
- L – линија;
- V – волумен;
- A – површина.

За површина се користат два симболи: A за површина во рамнина, а S за закривена површина, односно површина во просторот. Исто така, симболот за број на точки, P , се разликува од ознаката за број на конституенти, N . Овие симболи се модифицираат со различни индекси за да се опишат различни мерења. Мерењата можат да се комбинираат за да се добијат различни микроструктурни параметри. Основните мерења вклучуваат:

P_P – удел на точки. Однос помеѓу бројот на точки кои лежат на конституентот и бројот на мерни точки;

P_L – број на точки по единица должина на мерната линија;

N_L – број на пресеци на конституентот по единица должина на мерната линија;

P_A – број на точки по единица мерна површина;

N_A – број на пресеци на конституентот по единица мерна површина.

P_L и N_L може да предизвикаат забуна. Ако тест линијата сече изолирани честички на површината, тогаш има две точки на сечење, но

само една честичка е пресечена, $P_L = 2N_L$. За еднофазни структури $P_L = N_L$.

Во табела 3 се дадени основните стереометриски симболи и нивните дефиниции.

Определувањето на карактеристиките на внатрешната градба во тродимензионален простор врз основа на дводимензионалните структурни параметри е овозможено со следните стереометриски релации:

$$V_V \quad A_A \quad L_L \quad P_P \quad (mm^0) \quad (14)$$

$$S_V \quad \left(\frac{4}{\pi}\right) L_A \quad 2P_L \quad (mm^{-1}) \quad (15)$$

$$L_V \quad 2P_A \quad (mm^{-2}) \quad (16)$$

Табела 3. Листа на основни симболи и нивна дефиниција

Симбол	Димензија	Дефиниција
P		Број на мерни точки
P_P		Удел на точки. Однос меѓу бројот на точки кои се наоѓаат на конституентот во рамнината и бројот на мерни точки
P_L	mm^{-1}	Број на пресечни точки по единица мерна должина
P_A	mm^{-2}	Број на точки по единица мерна површина
P_V	mm^{-3}	Број на точки по единица волумен
L	mm	Должина на линеарните елементи или должина на мерната линија
L_L	mm/mm	Линеарен удел. Должина на линеарните отсечки по единица должина на мерната линија
L_A	mm/mm^2	Должина на линеарните елементи по единица мерна површина
L_V	mm/mm^3	Должина на линеарните елементи по единица волумен

A	mm^2	Површина на пресекот на конституентите во рамнината или мерна површина
S	mm^2	Гранична површина или меѓуповршина (не мора да биде рамна)
A_A	mm^2/mm^2	Површински удел. Површина на пресеците на конституентите по единица мерна површина
S_V	mm^2/mm^3	Гранична површина по единица волумен
V	mm^3	Волумен на тродимензионалниот конституент или мерен волумен
V_V	mm^3/mm^3	Волуменски удел. Волумен на конституентите по единица волумен
N		Број на конституенти
N_L	mm^{-1}	Број на пресеци на конституентите по единица должина на мерната линија
N_A	mm^{-2}	Број на пресеци на конституентите по единица мерна површина
N_V	mm^{-3}	Број на конституенти по единица волумен
\bar{L}	mm	Среден линеарен отсечок, L_L/N_L
\bar{A}	mm^2	Среден површински отсечок, A_A/N_A
\bar{S}	mm^2	Средна гранична површина, S_V/N_V
\bar{V}	mm^3	Среден волумен, V_V/N_V

Квантитативната микроструктурна анализа може да се изведе на повеќе начини:

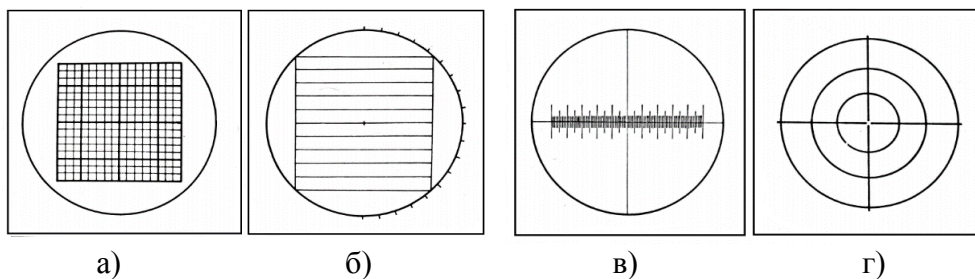
- рачно;
- полуавтоматски и
- потполно автоматски.

Која техника ќе се примени зависи од:

- опремата со која располагаме и
- бараната точност и сигурност на резултатите.

Методата на рачно мерење се изведува со директно посматрање на сликата на светлосен микроскоп или индиректно на микрофотографија.

При директното мерење се користат специјални окулари со уgravиран мерен систем или сликата се проектира на екранот на микроскопот. Се применуваат мерни системи од различен тип (сл. 28). Најчесто се во вид на квадратни мрежи кои имаат различен број на јазолни (чворни) точки. При употреба на окулар со помал број на точки потребно е мерење на поголем број на полиња за да се постигне задоволителна статистика на резултатите. Иста сигурност на резултатите со мерење на помал број полиња може да се постигне со окулар со поголем број на јазолни точки на мрежата. Хоризонталните линии на мрежата можат да се користат и како мерни линии, но постојат и окулари со посебно уgravирани линии или една линија поделена на 100 поделоци. За анализа на анизотропни структури се користат окулари со уgravирани концентрични кругови.



Сл. 28. Мерни окулари со изgravирана: а) квадратна мрежа; б) хоризонтални линии; в) скала од 100 поделоци и г) концентрични кругови

Индиректното мерење на фотографии се изведува со поставување на просирна фолија со нацртана квадратна мрежа или мрежа од паралелни линии. Поретко се користи од директната метода бидејќи мерењата се ограничени на помал број полиња со што се смалува точноста на анализата.

Рачното мерење е заморно, анализата долго трае посебно кога имаме нехомогени материјали кога е неопходно да се направат мерења на голем број полиња. Освен тоа, одредувањето на некои параметри бара користење на дополнителна опрема (за да се измери површината на пресекот на честичката мора да се употреби планиметар). Во

споредба со автоматската анализа на сликата има предност кога разликата во оптичките карактеристики на конституентите е мала или сликата е со лош квалитет. Окото, на пример, разликува граница на зрно од гребнатинки настанати во текот на подготовката.

Полуавтоматска метода на мерење се изведува со примена на уреди кои се засновани, или на принципот на распределба на конституентите по големина, или на употреба на дигитална табла. Уредите за броење, пресметување и класирање на честичките по големина се развиени во периодот од 1950 до 1970 год. Поширока примена наоѓаат уредите кои работат на принципот на дигитална табла. Мерењето се заснова на опцртување на профилот на микроконституентите со помош на курсор или молив чија положба и движење се регистрираат со микропроцесор. Уредот се состои од дигитална табла на која се поставува или проектира сликата, подвижен курсор за означување на точката која се разгледува, компјутер кој ги обработува координатите добиени од таблата и печатач.

Предност на овие уреди е што човечкото око врши раздвојување, а мозокот има улога на контролна единица. Со примената на овие системи многу едноставно можат да се добијат голем број на параметри како: површинскиот удел, специфичната гранична површина, должината на отсечоците, бројот на честичите, како и оние карактеристични за секоја честичка: површина, периметар, максимален пречник со агол на ориентација, Ферет пречник (проекција во x и y правец), координати на тежиштето и факторот на облик.

Работната единица на полуавтоматските уреди ги извршува истите функции како и потполно автоматските уреди. Се добиваат статистичките параметри, како средна вредност, стандардна девијација, стандардна грешка, геометриска средна вредност, потоа анализа на распределба со класирање на вредностите, статистичките и стереометриските пресметки (волуменски удел, површинска густина).

Недостаток на полуавтоматските уреди е побавното примање на информациите, па при мерење на голем број примероци анализата долго трае. Мора да се земе човечкиот фактор како можен извор на грешки, бидејќи опишувањето на честичката со курсорот и класирањето на фазите се разликува од човек до човек. Од една страна имаме поголема можност на контрола од страна на операторот, а од

друга поголема субјективност при оценувањето отколку при автоматските системи.

Кај автоматските уреди за квантитативна анализа човечкото око е заменето со специјален скенирачки систем кој оптичката слика на примерокот ја преведува во електрични импулси. Затоа, потребна е идеална подготовка на површината на примерокот и добар контраст што не секогаш може да се постигне.

Основни составни делови на овие системи се: уред за создавање на слика, телевизиска камера во својство на скенер, анализатор кој е поврзан со компјутер и монитор.

Карактеризацијата на микроструктурата со користење на референтни слики, односно споредбени низови, е воведена во средината на 1920 год. Оваа метода најчесто се користи за определување на големина на зрна, неметални вклучоци и графит. Во последните години направена е и споредбена низа за определување на волуменскиот удел на дадена компонента. Многу од споредбените низови се адаптирани во национални и меѓународни стандарди, додека некои се користат во дадена индустрија или компанија. При користењето на споредбените низови операторот го испитува примерокот при зголемување препорачано со стандардната низа, обично 100x.

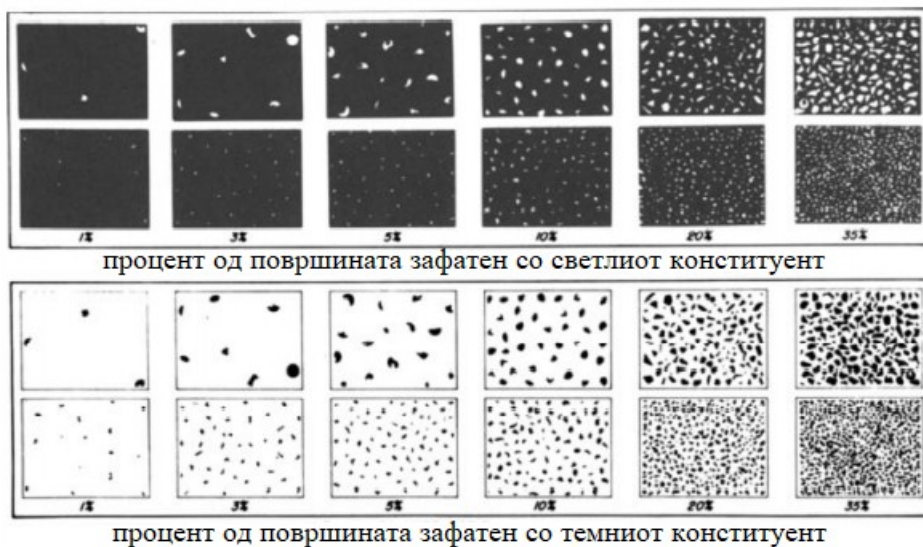
ASTM спецификацијата E2 ја содржи првата споредбена низа за определување на големина на зрно, а се однесува на жарен бакар и бакарни легури кои содржат двојници и се состои од 10 микрофотографии при зголемување од 75x. Сегашната споредбена низа се состои од 14 микрофотографии. ASTM спецификацијата E19 се состои од 8 слики и за подевтectoидни и надевтectoидни структури. Бројот на сликата означува број на зрна на in^2 при зголемување од 100x. ASTM E112 ја илустрира цементитната мрежа по границите на зрна во челик и се означени од 1 до 8, а во ASTM E89 е дадена споредбената низа за определување на феритните зрна. И оваа низа се состои од 8 микрофотографии означени со броевите од 1 до 8. Многу други земји имаат направено споредбени низови за определување на големината на зрна, но заради употребата на метричкиот систем, скалата за големина на зрна се базира на бројот на зрна на mm^2 при зголемување од 1x. Германската споредбена низа, SEP 1510, се користи за феритни микроструктури кои имаат зрна со еднакви оски или зрна

издолжени со пластична деформација со однос на оските 2:1 и 4:1. Француската NF A04-102 споредбена низа се однесува за определување на големина на зрна кај карбуризиран челик.

3.1. Определување волуменски удел

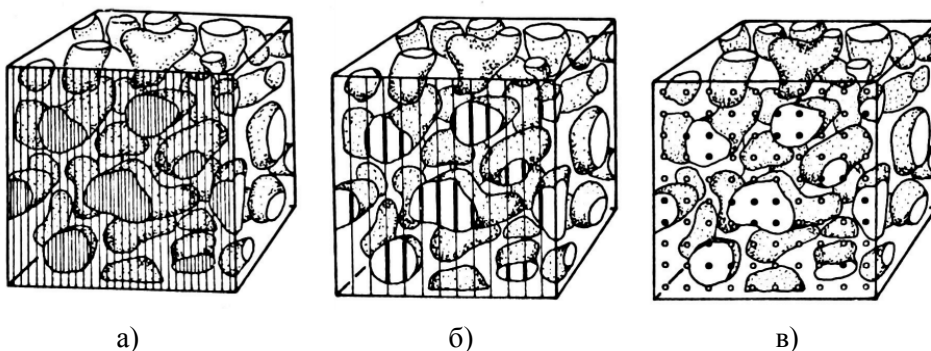
Добро е познато дека количината на секундарната фаза или конституент во двофазна легура може да има значајно влијание врз својствата и однесувањето на легурата. Затоа, определувањето на количината на секундарната фаза е значајно мерење. Количината на оваа фаза се дефинира како волумен на секундарната фаза по единица волумен или волуменски удел.

Наједноставен начин да се процени волуменскиот удел да даден конституент е внимателно да се набљудува микроструктурата и да се оцени површинскиот удел. Оваа техника често се користи, но точноста на добиените резултати е ниска. Нешто подобра точност може да се добие со споредување на микроструктурата со стандардни слики кои илустрираат различни проценти од идеална или специфична структура. Точноста на методата делумно зависи од тоа колку големината и дистрибуцијата на конституентот се совпаѓа со онаа на сликата (сл. 29).



Сл. 29. Споредбени слики за оценка на волуменскиот удел развиени од Nelson

Не постои едноставна експериментална техника за мерење на волуменот на секундарната фаза или конституент по единица волумен на примерокот. Развиени се три експериментални методи за определување на волуменскиот удел со користење на стереометриските микроскопски мерења: планиметриска, линиска и точката метода (сл. 30).



Сл. 30. Методи за определување на волуменскиот удел: (а) планиметриска метода; (б) линеарна метода; (в) метода на броење точки

Планиметриската метода ја применил францускиот геолог Delesse, во 1848 г. Тој покажал дека површинскиот удел е еднаков на волуменскиот. Неколку процедури се користени на реалните структури. Една е да се обележи втората фаза или конституент (α) со планиметар и да се определи површината на секоја честичка A_α . Овие површини се собираат и се делат со мерната површина A_T за да се добие површинскиот удел A_A :

$$A_A = \frac{\sum A_\alpha}{A_T} \text{ (mm}^2/\text{mm}^2\text{)} \quad (17)$$

Друг начин е да се измери тежината на фотографијата и потоа да се исечат честичките на втората фаза и тие да се измерат. Потоа двете измерени тежини се користат за да се пресмета површинскиот удел. Двете техники се можни само кај крупнозрнеста втора фаза. Трета техника е т.н. метода на зафатени квадрати. Просирна пластична мрежа која содржи 500 мали квадратчиња се става врз фотографијата.

Потоа операторот ги брои квадратчињата кои се комплетно заполнети, $\frac{3}{4}$ полни, $\frac{1}{2}$ полни и $\frac{1}{4}$ полни со втората фаза или конституент. Овие податоци се користат за да се пресмета површината покриена со втората фаза и потоа се дели со површината на фотографијата за да се добие површинскиот удел.

Delesse, исто така, сметал дека волуменскиот удел може да се определи со линиската метода, но тој не ја дефинирал таквата метода. Тоа го направил во 1898 год. Rosiwal, германски геолог, кој покажал дека збирот од должините на линиските сегменти во фазата од интерес, L_α , поделена со вкупната должина на линијата, L_T , ќе даде валидна вредност за волуменскиот удел со помалку напор во однос на планиметриската метода:

$$L_L = \frac{\sum L_\alpha}{L_T} (mm/mm) \quad (18)$$

Сепак, испитувањата покажале дека третата метода, броење на точки (ASTM Specification E562), дава најдобра прецизност со минимален напор. Оваа метода независно е предложена од Thomson во 1933 год., Glagolev во 1933 год. и Chalkley во 1943 год. Броењето точки широко се користи за определување на волуменските удели на конституентите. Може да се користат поединечни точки или мрежа. Тест мрежата со определен број на систематски распоредени точки може да биде ставена во окуларот или пак како прозирна пластична фолија се става врз фотографијата. Тест мрежата која се става во окуларот има помала густина на точките, обично 5, 9, 16 или 25, додека тест мрежата која се става врз фотографијата има 16, 25, 49 или 100 точки. Изборот на зголемувањето секогаш е компромис меѓу резолуцијата и големината на полето за да се добијат најдобри резултати. Ако се намалува големината на полето, тогаш треба да се анализираат поголем број полиња за да се добие поголема точност на резултатите. Бројот на точки кои лежат на фазата или конституентот од интерес, P_α , се делат со вкупниот број на точки, P_T . Точките кои лежат на границата се земаат како $\frac{1}{2}$.

Уделот на точки, P_P е даден со:

$$P_P = \frac{\sum P_\alpha}{P_T} = \frac{\sum P_\alpha}{nP_0} \quad (19)$$

каде $\sum P_\alpha$ е број на точки кои лежат внатре плус половина од бројот на точки кои лежат на границата на честичката, P_T е вкупниот број на точки, n е број на полиња и P_0 е број на точки на мрежата. Испитувањата покажале дека уделот на точки P_P е еквивалентен со линискиот удел, L_L , и површинскиот удел, A_A , и сите три може да се употребат за пресметување на волуменскиот удел, V_V , на честичките на втората фаза:

$$P_P = L_L = A_A = V_V \quad (14)$$

Броењето точки е многу побрзо од линиската или планиметриската метода и е најпогодна метода за рачно изведување.

Познато е дека сите легури Fe-C со содржина на јаглерод меѓу 0 и 0,8 % содржат ферит и перлит во променливи односи, при што со зголемување на содржината на C во челикот расте уделот на перлитот во структурата. Бидејќи чистото железо (0% C) претставува 100 % ферит, а железото со 0,8 % C претставува 100 % перлит, следува дека зголемувањето на содржината на јаглеродот за 0,1 % го зголемува уделот на перлитот во структурата за $0,1 \cdot 100 / 0,8 = 12,5$ %. На таков начин, кај бавно ладените челици содржината на јаглеродот може да се определи од металографска слика. Постапката се сведува на субјективна оценка на уделот на перлитот (темни полиња) и феритот (светли полиња) во структурата. Ако сме оцениле дека структурата се состои од 50 % перлит, содржината на јаглеродот во челикот ќе биде $50 \cdot 0,1 / 12,5 = 0,4$ %.

Вежба бр. 5

Определување на волуменскиот удел

Цел на вежбата: Да се запознаат некои од методите за определување волуменски удел на конституентите присутни во легурата.

Примероци: Примероци од среднојаглероден челик (0,47 % C). Примероците се подготвуваат и нагризуваат со нитал.

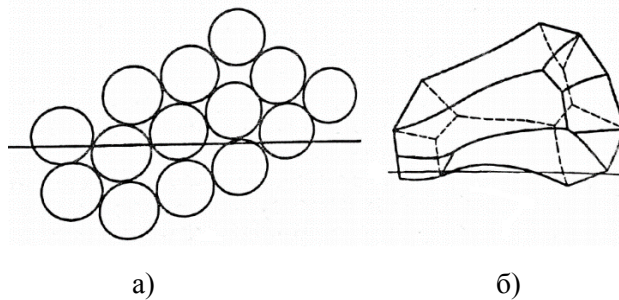
Средства: Металографски микроскоп, уреди и материјал за брусеење, полирање и нагризување.

Постапка на работа: Се прегледуваат подготвените површини на примероците и се одбираат карактеристичните места.

Задача: Да се снимат микроструктурата при зголемување од 100x. Да се определи уделот на феритот со линиската и методата на броење точки. Од добиената вредност за уделот на феритот да се пресмета содржината на јаглерод во челикот и добиениот резултат да се спореди со содржината на јаглерод наведена за дадените примероци.

3.2. Определување големина на зрна

Големината на зрната претставува важна карактеристика на металните материјали бидејќи во голема мера влијае на нивните механички својства (на пр., цврстина, издолжување, ударна жилавост, тврдина) и нивното однесување при обработка. Големината на зрната определена металографски не ја дава непосредно вистинската нивна големина бидејќи површината на примерокот (шлифот) претставува рамен, случаен пресек низ металните зрна, поради што дури и кога сите зрна би биле со еднаква големина и во форма на топки, би се добиле зрна со различна површина. Зрната се полиедри чии страни се неправилни рамни површини, па при една иста големина на зрното големината на површината зависи од случајниот пресек со рамнината на шлифот. Можно е едно зрно да даде две раздвоени површини, што ќе доведе до погрешна претстава за големината на зрната. Кај посложен облик на зрната можно е едно зрно да се јави како одвоени три или и повеќе површински зрна (сл. 31).



Сл. 31. Шематска претстава на големина на површина на зрна: а) сферни зрна, б) зрна во вид на полиедри

Големината на зрната се определува на примероци од металот или легурата, или на оригинални парчиња со мали димензии. Површината на примерокот мора да биде така подготвена, т.е. полирана и нагрисана, под микроскоп јасно да може да се забележат границите на зрната. Тоа се постигнува или директно, со нагрисување на границите на зрната, или индиректно, со нагрисување на површината на зрната. Понекогаш границите на зрната се видливи и без нагрисување. Тоа е случај кај оптички анизотропните метали, на пр., цинк, кога се набљудуваат под поларизирана светлина или кај легури во кои меѓу примарните зрна е издвоен тенок слој од

конституент кој има сосема различни рефлексии карактеристики од основата.

Посебен проблем е да се утврди големината на аустенитните зрна во јаглородните и нисколегираните челици. Аустенитот, при постепено ладење, се распаѓа на ферит и цементит градејќи нови микроконституенти со различна големина на зрната. Својствата на споменатите челици, во голема мера, зависат од големината на аустенитните зрна, т.е., од склоноста за пораст на зрната при загревање во аустенитното подрачје. Треба да се нагласи дека големината на аустенитните зрна може да зависи од времето и температурата на жарење во аустенитното подрачје, па затоа при обработката која има за цел откривање на границите на зрната на аустенитот, жарењето мора да се направи на истата температура и за истото време како и при обработката чие влијание врз големината на аустенитното зрно е од интерес. Овој услов е основен критериум за избор на метода за откривање на аустенитните зрна.

При постепено ладење разложувањето на аустенитот почнува по границите на зрната. Кај челиците кои имаат состав доволно далеку од евтектоидниот, границите на некогашните аустенитни зрна стануваат видливи благодарение на примарните продукти на разложувањето – феритот или цементитот, кои се издвоени меѓу перлитните полиња. Меѓутоа, кај челици со помалку од 0,25 % C се издвојува премногу ферит, кој веќе нема форма на мрежа. Во тој случај преостанува можноста примерокот да се закали од аустенитното подрачје така што различната ориентација на мартензитните иглички, настанати од различни аустенитни зрна, создава контраст кој ќе овозможи да се видат некогашните граници на аустенитните зрна.

Големината на аустенитните зрна кај евтектоиден челик може да се открие со неговото делумно рамнотежно разложување во перлит и со дополнително калење, при кое преостанатиот аустенит нерамнотежно се разложува во мартензит.

Доколку споменатите методи не задоволуваат, погодно е да се примени McQuaid-Ehn-тест: примерокот се загрева на 925 °C во смеса од дрвен јаглен и бариумкарбонат сè додека содржината на јаглородот во површинскиот слој не го надмине евтектоидниот состав (обично повеќе од 8 h). Со споро ладење аустенитот се трансформира во перлит кој на своите граници има издвоено цементит кој овозможува

дополнително одредување на големината на зрната. Со нагризување на примероците со алкален натриумпикрат перлитот, кој е создаден од аустенитот, останува светол, додека цементитот на границите на зрната се обојува темно, со што се образува темна мрежа и на тој начин ја обележува првобитната граница на аустенитните зрна.

Големината на аустенитното зрно може значително да зависи од хемискиот состав на челикот. Бидејќи McQuaid-Ehn-тестот вклучува промена на составот, се препорачува првенствено за челици за цементација, кои термички се обработуваат по слична постапка.

Хемискиот состав на челикот се менува и при оксидационата метода. Таа се состои од загревање на полираниот примерок на температура на аустенитизација во оксидациона атмосфера. Границите на зрната повеќе се оксидираат и јасно се забележуваат на нагрзаната површина после ладењето.

Големината на зрната на подготвената површина на примерокот зависи од местото на сечење. Некои зрна имаат и различен облик. Затоа, за да се дојде до доволно точна средна вредност за големината на зрната, треба да се измери доволен број зрна (најмалку $100 \div 200$) на повеќе места на примерокот (најмалку на три места) и тоа под услов статистиката на зрната да е слична на сите места. Во спротивно, големината на зрната се определува и дефинира посебно за секое место кое се разликува во однос на останатите делови од површината на примерокот. Ако зрната се издолжени и со подолгата оска се насочени во одреден правец, потребно е тоа да се има во предвид и да се подготват примероци во различни рамнини.

Пред да се започне со определување на големината на зрната, целиот примерок треба да се прегледа и дури потоа да се мери на типични места.

За да се одреди големината на зрната можат да се користат неколку различни мерења:

- среден дијаметар;
- средна површина;
- број на зрна по единица површина;
- средна должина на отсечоци;
- број на зрна по единица волумен;
- среден дијаметар базиран на средниот волумен на зрното.

3.2.1. Планиметрииска метода

Постапката развиена од Jeffries (сл. 32) се користела долги години и со неа е овозможено бројот на зрна кои се наоѓаат на единица површина директно да се поврзе со ASTM бројот од споредбената низа за големина на зрна. Во последните години оваа метода е заменета со методата на пресеци бидејќи е поедноставна за примена. Се црта кружница или правоаголник, обично со дијаметар 79,8 mm, односно 5000 mm². Зголемувањето се подесува така што во испитуваната површина да има најмалку 50 зрна. Се бројат зрната кои целосно лежат во кружницата, n_1 , и бројот на зрна што се пресечени со кружницата, n_2 . Збирот од $n_1+n_2/2$ се множи со факторот на Jeffries, f . Бројот на зрна на mm² при зголемување од 1x се пресметува со изразот:

$$N_A = f(n_1 + \frac{n_2}{2}) \quad (20)$$

Вредноста на f за зголемување M се определува од изразот:

$$f = \frac{M^2}{5000} \quad (21)$$

Средната површина на зрното \bar{A} , се добива од изразот:

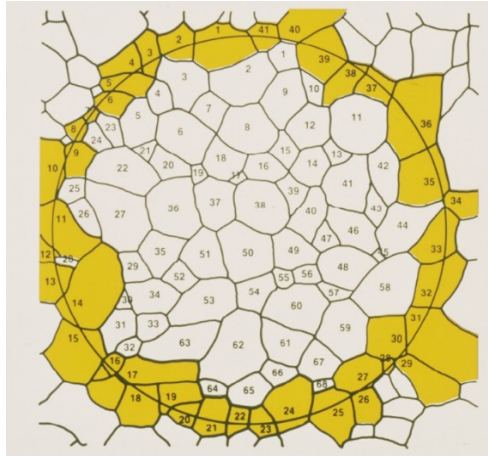
$$\bar{A} = \frac{1}{N_A} (mm^2) \quad (22)$$

Средниот дијаметар на зрното се добива од:

$$\bar{d} = (\bar{A})^{\frac{1}{2}} (mm) \quad (23)$$

ASTM бројот за големина на зрно, G , може да се пресмета од N_A :

$$G = [3,322 \log N_A] - 2,95 \quad (24)$$



Сл. 32. Jeffries метода за определување големина на зрна

Ако $n_1 = 68$, $n_2 = 41$, $M = 100\mu$, а површината на кругот е 5000 mm^2

$$f = \frac{M^2}{5000}$$

$$f = \frac{100^2}{5000}$$

$$N = f \left(n_1 + \frac{n_2}{2} \right)$$

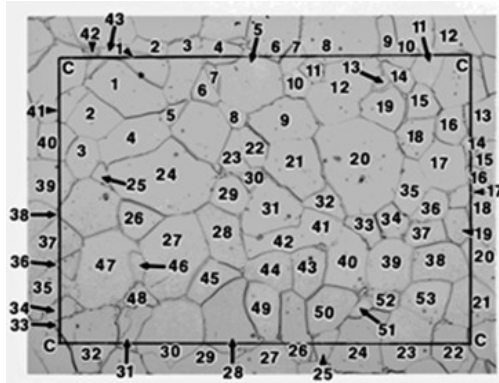
$$N_A = 177 \text{ mm}^{-2}$$

$$G = [3,322 \log N] - 2,95$$

$$G = 4,5$$

Салтиков сугерира како тест мрежа, место круг, да се примени правоаголник (може да се користи и квадрат) (сл. 33). Се бројат зрната кои лежат внатре, а потоа оние кои се пресечени, но зрната кои се наоѓаат во четирите агли не се бројат во пресечените, туку се смета дека тие припаѓаат со по $\frac{1}{4}$, па во равенката за пресметување на бројот на зрна Салтиков додава 1:

$$N = f \left(n_1 + \frac{n_2}{2} + 1 \right) \quad (25)$$



Сл. 33. Определување големина на зрно според Салтиков

3.2.2. Метода на пресеци

Оваа метода е погодна за микроструктури кај кои зрната имаат одредена дисторзија. Тест линијата може да биде права линија или круг со позната должина, L_T . Може да се користат повеќе линии или концентрични кругови за да се добијат мерења во кои ќе биде намалено влијанието на анизотропијата.

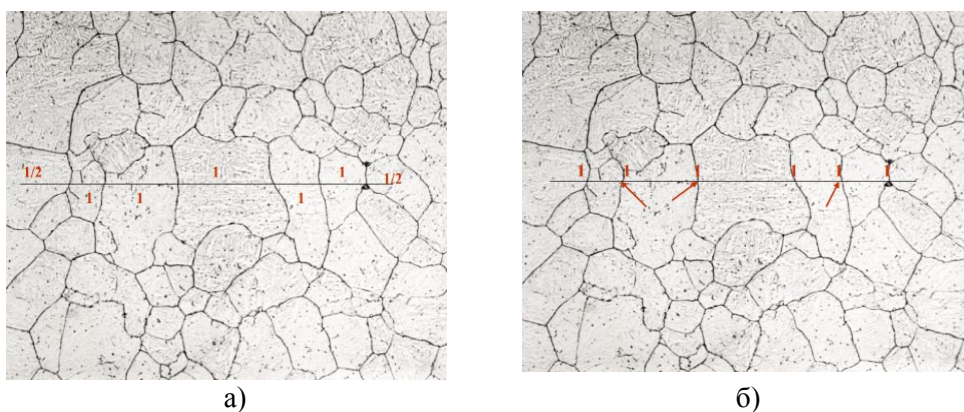
Според постапката на Неун (сл. 34) се нанесува линија врз микроструктурата и се бројат зрната кои се пресечени, N , или пресечените граници на зрна, P . Кога се бројат пресечените зрна, N , тогаш зрната во кои паѓаат краевите на линијата се земаат како $\frac{1}{2}$. Кога се бројат пресечените граници на зрна тогаш секој пресек што лежи на граница на две зрна се брои како 1, а доколку пресечната точка лежи на границите на три зрна (triple-point) тогаш тој пресек се брои како $1 \frac{1}{2}$. Ако пресечната точка само ја допира границата (тангентна точка), тогаш таа се брои како $\frac{1}{2}$. Ова се однесува за еднофазни структури. Добиените вредности се делат со вистинската должина на линијата и се добиваат вредностите за N_L и P_L .

$$L = \frac{N}{L_T} (mm^{-1}) \quad (26)$$

$$P_L = \frac{P}{L_T} (mm^{-1}) \quad (27)$$

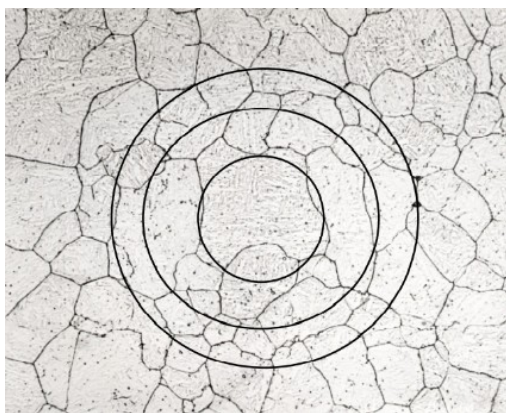
каде L_T е вистинската должина на линијата.

$$G = [6,644 \log(N_L \text{ или } P_L)] - 3,288 \quad (28)$$



Сл. 34. Постапка на Неуп за определување на број на пресечени зрна N (а) и број на пресечени граници на зрна P (б)

Кај постапката на три концентрични кругови (сл. 35), сугерирана од Hilliard и проширена од Abrams, вкупната должина на тест линијата е 500 mm, а кружниците имаат дијаметри од 79,58; 53,05 и 26,53 mm. Зголемувањето треба да се подеси така да се добијат околу 100 пресеци. Ако се под 70, треба да се намали зголемувањето, а доколку се над 140, зголемувањето треба да се зголеми.



Сл. 35. Постапка на Hilliard/Abrams со примена на три концентрични круга

Ако $P = 75$, зголемувањето е 100x, а вкупната должина на трите кружници е 500 mm, тогаш

$$P_L = \frac{75}{\frac{500}{100}} = 15 \text{ mm}^{-1}$$

$$G = [6,644 \log(N_L \text{ или } P_L)] - 3,288$$

$$G = 4,5$$

Определување на големината на зрна со споредбени низови – метода по ASTM: Оваа метода може да се примени само за определување големина на зрна со правилен, полигонален облик, т.е. зрна со просечен пречник еднаков во сите правци. Големината на зрната се одредува со споредба на микроструктурата на примерокот зголемена 100x со осум шематски цртежи на микроструктура со полигонални зрна (сл. 36). Цртежите носат ASTM-бројеви од 1 до 8. Големината на зрната во скалата се менува со ASTM-бројот G по равенката:

$$n = 2^{G-1} \quad (29)$$

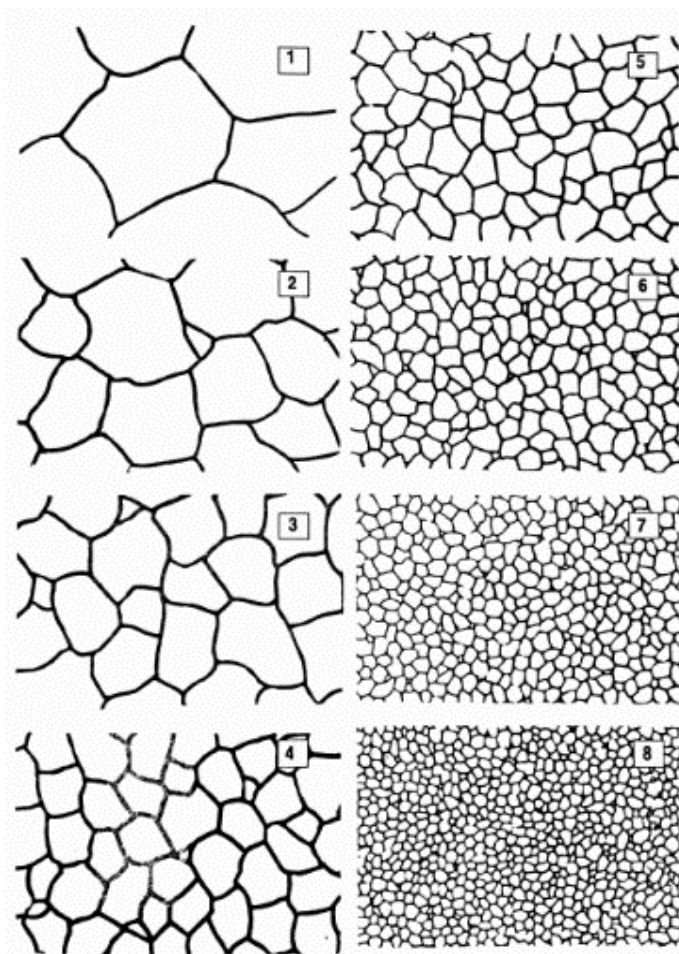
$$G = \frac{\log n}{\log 2} + 1 \quad (30)$$

каде n – број на зрна по квадратен инч при зголемување од 100x.

За преминување во меѓународниот систем на мерки се користи релацијата:

$$n = 16 \cdot 2^{G-1} \quad (31)$$

На сл. 36 е прикажана споредбена низа според ASTM за определување големина на зрна кај челици.



Сл. 36. Споредбена низа според ASTM за определување големина на зрна кај челици

Значи, големината на зрната опаѓа со зголемување на бројот G . Зависноста меѓу ASTM-бројот G , со кој се опишува големината на зрната на некоја микроструктура, и „вистинската“ големина на зрно која ја одредува бројот G е дадена во табелата 4.

Средната површина на зрното \bar{A} може приближно да се пресмета од равенката:

$$\bar{A} = 500 \cdot 2^{8-G} (\mu m^2) \quad (32)$$

Често се случува во структурата хомогено да се измешани зрна со различна големина. Тогаш, со споредба посебно се одредува големината на покрупните, а посебно на поситните зрна и резултатот

се опишува, на пр. со „нерамномерна големина на зрна, ASTM No. 3-5“.

Табела 4. Пресметка на големината на зрната од споредбената низа на ASTM

G	Број на зрна/in ²	Број на зрна/mm ²	Површина на зрното (mm ²)
1	1	16	62000
2	2	32	31000
3	4	64	15600
4	8	128	7800
5	16	256	3900
6	32	512	1950
7	64	1024	980
8	128	2048	490

Во случај кога зрната при зголемување од 100x се покрупни од $G=1$, микроструктурата се посматра при зголемување од 50x и при споредба со низата се одредува привиден број G_p , со помош на кој вистинскиот број G може да се одреди од следната релација:

$$G = G_p - 2 \quad (33)$$

Тогаш бројот G има негативен предзнак. Ако зрната се поситни од $G=8$, микроструктурата се посматра при зголемување од 200x, па вистинскиот број G ќе биде:

$$G = G_p + 2 \quad (34)$$

односно поголем од 8.

Вежба бр. 6

Определување големина на зрна

Цел на вежбата: Да се запознаат некои од методите за определување големина на зрна во металите и легурите.

Примероци:

1. Примероци од нискојаглероден челик ($0,06 \div 0,12$ % C) ладно деформирани со различен степен на деформација и жарени на 800 °C во тек на 1 час. Со рекристализацијата се добиени различни големини на зрна. Примероците се подготвуваат и се нагрзуваат со нитал.
2. Среднојаглероден челик (околу $0,45$ % C), подготвен за определување на големината на аустенитните зрна со методата на McQuaid-Ehn. Примерокот е подготвен и нагрзан во врел алкален раствор на натриумпикрат.

Средства: Металографски микроскоп, уреди и материјал за изработка на микрофотографии и споредбена низа за определување големина на зрна.

Постапка на работа: Се прегледуваат подготвените површини на сите примероци и се одбираат карактеристичните места. За снимање да се избере примерок од нискојаглероден челик со ситно зрно.

Задача: Да се снимат микроструктурата при зголемување од $100\times$. Да се определи големината на зрната со помош на ASTM низата и со помош на табелата 3 да се најде средната површина на зрната. Средната површина на зрната да се најде и со методата на Jeffries, претпоставувајќи дека зрната имаат правилен кружен облик. Да се споредат добиените вредности за средната површина на зрната.

3.3. Определување графитни вклучоци во сив лив

Структурата на сивиот лив може да биде феритна, феритно-перлитна и перлитна. Јаглеродот кој не е врзан во цементитот се издвојува во облик на графитни вклучоци со различен облик и големина. Својствата на сивиот лив во голема мера зависат од големината, бројот, обликот и распоредот на овие вклучоци. Цврстината е поголема доколку графитните вклучоци се помали и покомпактни. За жал, во обичниот сив лив графитот најчесто има облик на издолжени, едноставни или разгранети ливчиња – ламели, кои многу ја намалуваат жилавоста на легурата. На површината на примерокот од сив лив се забележуваат само пресеци од ламелите во облик на темни линии.

Графитот се определува на полирани но ненагрисани примероци. При нагрисувањето основата потемнува, при што графитните ламели се помалку изразени. Примероците мора да се полираат внимателно на тврда глатка ткаенина бидејќи мекиот графит лесно еродира, рабовите на така настанатите шуплини се заоблуваат и се стекнува погрешен впечаток дека ламелите се помасивни.

3.3.1. Определување на големината и бројот на графитните ламели

Определувањето на големината и бројот на графитните ламели може да се врши со планиметрирање и со помош на споредбени низови.

Планиметриска метода по Портвен

Со оваа метода се добива точна и прегледна информација за распределбата на големината и бројот на графитните ламели. На микрофотографијата или на проектираната слика од структурата на сивиот лив зголемена 100x се поставува квадратна мрежа со големина 5x5 cm поделена на 25 квадрати од 1x1 cm. Се бројат ламелите кои се наоѓаат внатре во малите квадрати (a_0), потоа ламелите кои се пресечени на едно место (b_1), на две места (c_2) итн. Истата постапка се повторува најмалку на уште две места на примерокот. Потоа се наоѓаат аритметичките средни вредности од a_0 , b_1 , c_2 итн. и резултатот се претставува во облик:

$$G = a_0, b_1, c_2 \dots \text{ ламели на } 0,25 \text{ mm}^2$$

На пример:

$$G = 17_0, 21_1, 12_2, 5_3 \text{ ламели на } 0,25 \text{ mm}^2$$

Можно е при зголемување од 100x на микроструктурата да не можат доволно јасно да се распознаат сите ламели, или пак ламелите да се премногу крупни па мрежата да опфаќа само неколку од нив. Во таков случај треба да се земе поголемо односно помало зголемување.

Споредбена низа по ASTM за должина на графитните ламели

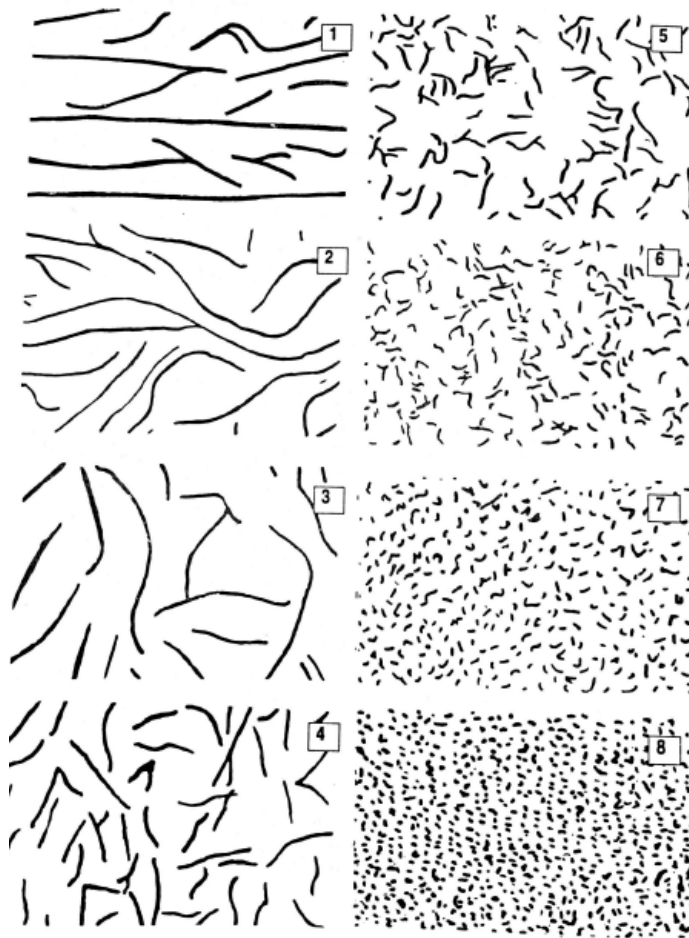
Со споредбената низа, всушност, се определува опсегот на должини во кој се наоѓаат ламелите на испитуваната микроструктура. Низата се состои од осум шематски цртежи од ненагризана микроструктура од сив лив означени од 1 до 8 и се споредуваат со структурата на примерокот при зголемување од 100x (сл. 37). Големината на ламелите опаѓа со зголемување на бројот од низата.

Табела 5. Средна должина на графитни ламели при зголемување од 100x

ASTM број	Должина на графитните ламели во mm
1	>100
2	100 до 50
3	50 до 25
4	25 до 12
5	12 до 6
6	6 до 3
7	3 до 1,5
8	<1,5

Ламелите со должина под 5 mm се сметаат за ситни, од 5 до 15 mm средни, а над 15 mm за крупни.

Доколку ламелите во видното поле имаат многу различни должини, тогаш, како и при определувањето на големината на зрна по ASTM, прво се определува должината на покрупните ламели, па потоа на поситните. Во резултатот се наведува опсегот на ASTM броевите.



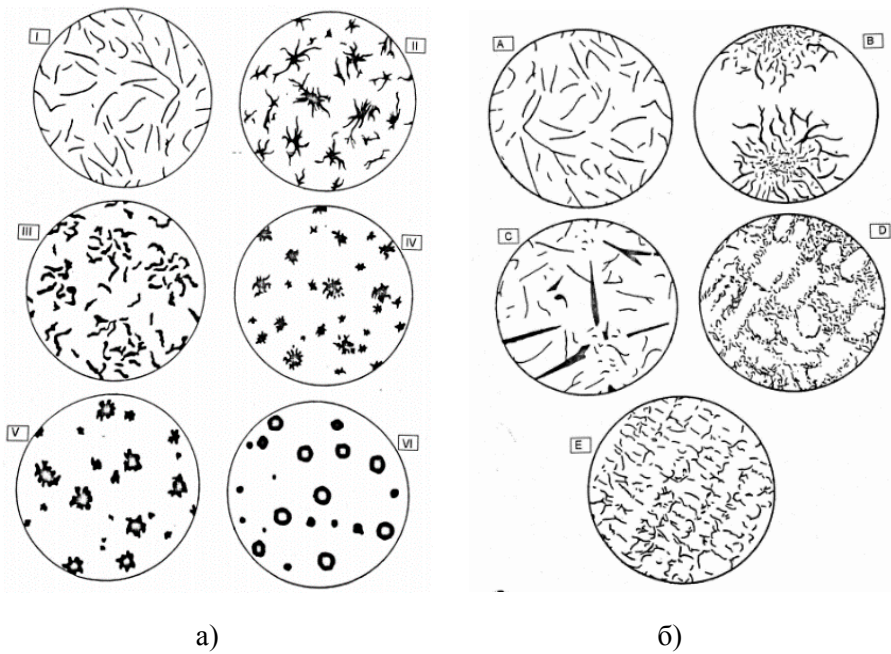
Сл. 37. Споредбена низа за определување на должината на графитот

Определување на обликот и распоредот на графитните вклучоци

Определувањето на обликот и начинот на распоредување на графитните вклучоци се врши со помош на споредбената низа по ASTM (сл. 38), според која постојат:

- Тип А – рамномерен распоред, произволна ориентација;
- Тип В – групирање во розети, произволна ориентација;
- Тип С – ламели со различна големина, произволна ориентација;
- Тип D – интердендритни ламели, произволна ориентација;

Тип Е – интердендритни ламели, насочена ориентација.



Сл. 38. Споредбена низа за обликот (а) и распоредот (б) на графитот во ланото железо

Металографските примероци од сив лив често ја опфаќаат и површината и средината на парчето од кое се извадени. Големите разлики на брзината на ладење во процесот на оцврстување на површината и во масата на парчето предизвикуваат разлики во количината и начинот на издвојување на графитот. Затоа, пожелно е графитот да се определи посебно на сите места кои се ладени со изразито различни брзини на ладење.

Вежба бр. 7

Определување на графит во сив лив

Цел на вежбата: Да се запознаат некои од методите за определување на големината, бројот, обликот и распоредот на графитните вклучоци во сивиот лив.

Примероци: Полирани примероци од сив лив со различен хемиски состав ладени при различни услови.

Средства: Металографски микроскоп, уреди и материјали за изработка на микрофотографија и споредбени низови за определување на должината, обликот и распределбата на графитот.

Постапка на работа: Да се прегледаат подготвените површини на сите примероци и да се снимаат карактеристичните места.

Задача:

1. Да се снимат сите примероци при зголемување од 100x. Со помош на споредбената низа по ASTM да се одреди и наведе под сликата големината, обликот и распоредот на графитните ламели.
2. Да се снимат микроструктурата на избраниот примерок при зголемување од 100x. Големината на графитните ламели да се одреди со планиметрирање по Портвен.

3.4. Определување неметални вклучоци во челик

Неметалните вклучоци се наоѓаат во челикот како нормална последица од специфичната технологија на добивање. Влијанието на вклучоците врз својствата на челикот зависи од нивната количина, обликот и распоредот. Во челикот во леена состојба вклучоците се наоѓаат во облик на глобули – ситни округли честички, или во облик на мрежа по границите на зрна. При пластична деформација (валање, ковање и сл.) и рекристализација на челикот вклучоците се кршат или деформираат, се одвојуваат од границите на зрна и се распоредуваат во редови долж правецот на деформација. Затоа тие слабо влијаат на својствата во правецот на валање. Меѓутоа, ако челикот се подложи на трансверзално напрегање, вклучоците значително го ослабуваат. При тоа нивното влијание не може едноставно да се определи само од површината по која се простираат, туку треба да се има во предвид дека на рабовите на вклучоците може да се индуцираат високи локални напрегања.

За определување на неметалните вклучоци во челикот потребно е површината да биде исполирана, но не и нагрисана. Нагрисувањето ќе открие многу други детали од структурата кои ќе го отежнат препознавањето на вклучоците. Вклучоците можат да бидат многу ситни и затоа полираната површина мора да биде многу чиста. За да се олесни полирањето, се практикува претходно калење на примерокот.

Неметалните вклучоци во челикот најчесто се сулфиди, силикати и оксиди.

3.4.1. Квалитативно определување на неметални вклучоци

Квалитативното определување на неметалните вклучоци е овозможено од специфичната боја и обликот на различните вклучоци.

Манган сулфидот (MnS) се јавува во облик на ленти или глобули со плавосива боја со глатки рабови. При пластичната деформација преоѓа во издолжени облици во вид на леќи.

Железо сулфидот (FeS) ретко се сретнува во челикот и го има само кога нема доволно манган за кој би се врзал сулфурот. Железо сулфидот има бледа темножолта боја. Пластичен е, како и манган сулфидот, а исто така се издолжува во правецот на деформација. Во

леен челик има тенденција да се распоредува по границите на зрна, што предизвикува пукање на челикот при ладна и топла деформација.

Разликувањето на железо сулфидот од манган сулфидот под микроскоп е олеснето со тоа што манган сулфидот при посматрање во темно поле е светол бидејќи е прозрачен, а железо сулфидот како непрозрачен е светол само по рабовите.

Силикатните вклучоци имаат темносива до темнокафеава боја. Прилично се крти така што при поголем степен на деформација пукаат во ситни парчиња. Потврди се од сулфидите и не може да се гребат со игла. Во темно поле се прозрачни. Составот на силикатните вклучоци зависи од составот на челикот. Кај обичен јаглероден челик најчесто се состојат од двојни силикати на железо и манган. Манган силикатот е нешто потемен од манган сулфидот, но тешко може да се разликуваат доколку не се наоѓаат еден покрај друг, што е чест случај.

Оксидите се обично темни и округли. Непрозрачни се во темно поле. При повисок степен на деформација може да се издолжат во облик на леќи. Голема количина на оксиди може да предизвика пукање на челикот при деформација.

Вклучоци од алуминиум оксид (Al_2O_3) – многу се крти, тврди и тешко топливи. При деформација на челикот неправилните аголни честици не го менуваат обликот и се распоредуваат во облик на ленти во правецот на деформација, па лесно се разликуваат од останатите вклучоци. При полирањето лесно испаѓаат од примерокот оставајќи дупчиња со нерамни рабови. Бојата им е темносива со виолетов отсјај.

Во обичен челик, понекогаш, иако многу ретко, може да се најдат вклучоци од троска. Во деформиран материјал троската има облик на темносиви ленти кои често се состојат од повеќе конституенти.

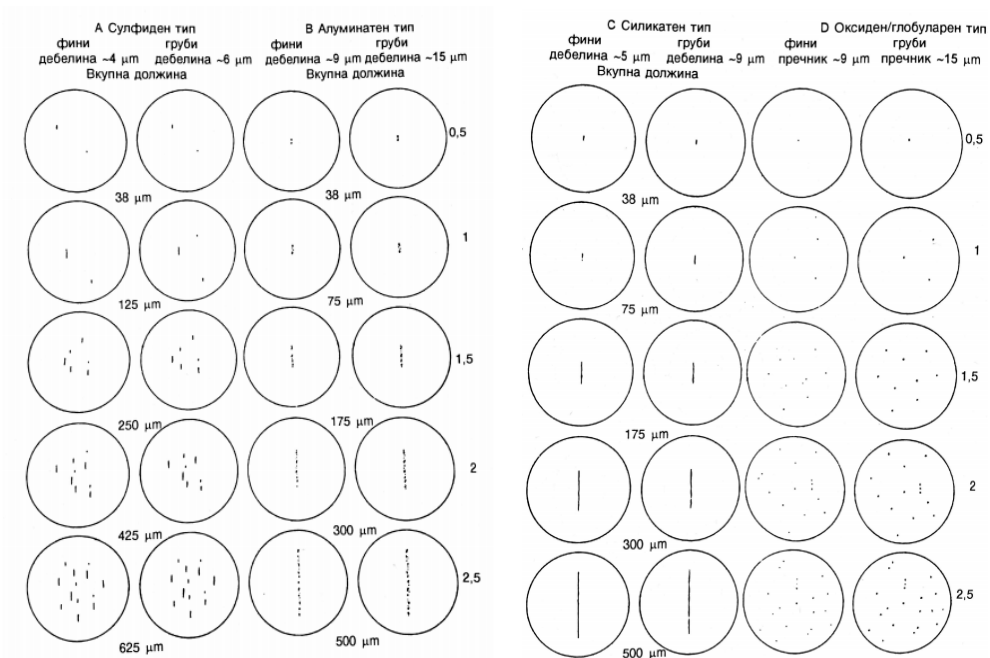
3.4.2. Квантитативно определување на неметални вклучоци

За процена на чистотата на челикот многу поважно е квантитативното определување на вклучоците, кое може да опфати определување на количината на одделните типови на вклучоци, определување на вкупната количина на вклучоците и определување на нивната големина.

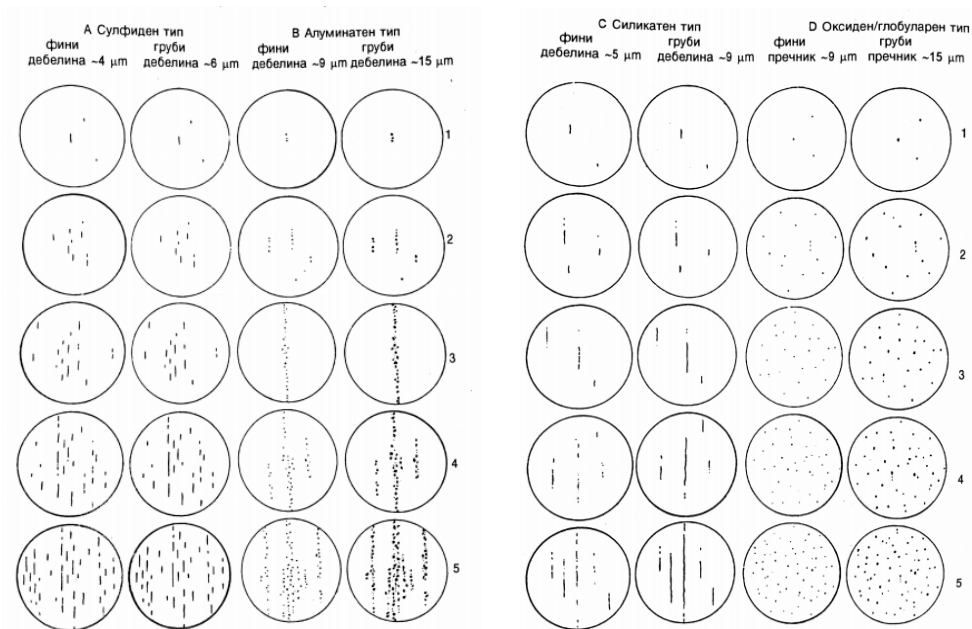
За да може резултатите да се прикажат на ист начин и за да се избегнат грешки заради примена на различни методи, направени се споредбени низови за определување на неметалните вклучоци (сл. 39).

ЈК-скалата (сл. 40) се состои од кружни (ϕ 80 mm) шематски цртежи на полираната површина на челикот со вклучоци и е поделена во четири колони: А, В, С и D. Секоја колона е предвидена за определување на посебен тип на вклучоци: А – за сулфиди, В – за алуминати, С – за силикати и D – за оксиди. Колоните се поделени во две подколони за различни дебелини на вклучоци, а нивните приближни вредности се означени над секоја подколони. Скалата има пет редови обележени со броевите од 1 до 5. Количината на вклучоците расте со зголемување на бројот на редот. Пред да се определи количината на вклучоците, се определува нивниот тип (сулфиди, алуминати, силикати или оксиди), па потоа се споредуваат полираните површини на примерокот при зголемување од 100x со соодветната колона (А, В, С или D), количината на вклучоците се дефинира со ознака за дебелината која ја носи подколонијата и бројот на редот (од 1 до 5). На овој начин вклучоците се определуваат на 20 до 50 места од примерокот – во зависност од неговата големина.

Диергартеновата скала всушност е проширена ЈК-скала. Се состои од 54 цртежи со дијаметар од 70 mm. Со Диергартеновата скала количината на вклучоците се определува на ист начин како и со ЈК-скалата.



Сл. 39. Споредбена низа за определување на содржината на неметални вклучоци во челик според ASTM



Сл. 40. Споредбена низа за определување на содржината на неметални вклучоци во челик според Jernkontoret

Според ASTM-стандардот E45-51 примероците се земаат така што површината на испитување лежи во правецот на деформација и таа изнесува 12,5x25 mm (312,5mm²). За „единица должина“ се смета должина од 12,5 mm при зголемување од 100x (вистинска должина од 0,125 mm).

Вклучоците на растојание поголемо од единица должина се сметаат како посебни вклучоци, додека оние на помало растојание се сметаат како еден вклучок (групирани или испрекинати).

Примерокот се испитува во ненагризана состојба при зголемување од 100x, при што е потребно да се испита целата површина на примерокот.

Резултатот од испитувањето се прикажува во облик на систем од три ознаки, од кои првата се однесува на најдолгиот вклучок, втората на останатите вклучоци подолги од 0,125 mm, т.е подолги од единица должина во видното поле, а третата на вклучоците помали од 0,125 mm.

1. Ознаката за најдолгиот вклучок се состои од број кој ја означува неговата должина во единици должина и ознака за начинот на распоред и дебелината. Ознаките за дебелина се:
T – тенок (ширина помала или еднаква на 1 mm);
S – среден (ширина меѓу 1 и 3 mm);
D – дебел (ширина над 3 mm).

На пр., ознаката S4ⁿ значи дека најдолгиот вклучок има ширина меѓу 1 и 3 mm, неговата должина е 4 единични должини и дека е непрекинат.

2. Втората ознака се состои од број кој ја означува просечната должина изразена во единици должина на сите останати вклучоци подолги од 12,5 mm и бројот на таквите вклучоци.

На пр., ознаката 2⁴ значи дека има 4 вклучоци со просечна должина од 2 единици должина, при што не е земен во предвид најдолгиот вклучок.

3. Третата ознака претставува оценка на најлошото место на површината во поглед на содржината на вклучоци помали од единица должина и се изразува со ознаките A, B, C или D. За определување на третата ознака се користи стандардна скала со четири слики.

Пример: ознаката $S6^i - 2^4 - B$ ни кажува дека најголемиот вклучок на подготвената површина на примерокот има ширина од $1 \div 3$ mm, должина околу 75 mm, дека се пронајдени 4 вклучоци со просечна должина 25 mm и дека најлошото место на површината има количина на вклучоци помали од 12,5 mm која одговара на B од стандардната скала.

Вежба бр. 8

Определување на неметални вклучоци во челик

Цел на вежбата: Да се запознае некоја од методите за определување на количината на неметалните вклучоци во челикот.

Примероци: примероци од валан јаглороден челик со различен состав, закалени во вода и полирани. Подготвените површини од примероците се поклопуваат со правецот на валање.

Средства: Микроскоп, прибор за брусеење, полирање и нагизување и споредбена низа за оцена на содржината на вклучоците.

Постапка на работа: При определување на количината на неметалните вклучоци по методата на ASTM да се испита целата површина на примерокот при зголемување од 100x. При тоа да се обрне внимание површината на примерокот да биде потполно чиста, посебно сметаат честичките од прашина кои можат да личат на вклучоци. Инаку, вклучоците се разликуваат од сите други детали кои можат да личат на нив (пукнатини, гребнатини и сл.) по карактеристичното простирање во правецот на деформација. Типот на вклучоците се определува според бојата (и обликот) – затоа од уредот за осветлување на микроскопот треба да се отстрани светлосниот филтер кој може да создаде лажен впечаток за бојата на вклучоците. За определување на типот на вклучокот, по можност, се користи и осветлување во темно поле. После определувањето на вклучоците примероците да се нагизаат со нитал и да се испитаат при погодно зголемување.

Задача:

1. Да се направи квалитативна проценка на неметалните вклучоци во дадените примероци на основа на бојата, обликот и изгледот во темно поле.
2. Да се направи квантитативна проценка на неметалните вклучоци во дадените примероци по ASTM методата. Да се нацрта изгледот на најлошото место на секој примерок при зголемување од 100x. Резултатите да се прикажат со пропишаниот систем на ознаки.
3. Дали вклучоците се забележуваат и по нагизувањето? Дали постои некоја зависност меѓу распоредот на вклучоците и микроструктурата во целина?

КОРИСТЕНА ЛИТЕРАТУРА

1. Херман Шуман, Металографија (превод на германското 9-то издание), 1975, Технолошко-металуршки факултет, Белград, 1981.
2. С.А. Салтыков, Стереометрическая металлография, Металлургия, 1976, Москва.
3. Драган Славков, Испитување на металите II, Универзитет „Св. Кирил и Методиј“, Скопје, 1995.
4. George F. Vander Voort, Metallography, Principles and Practice, Mc Graw-Hill, 1984 (originally published), Copyright 1999 by ASM International.
5. Metallography and Microstructures, ASM Handbook, Vol. 9, ASM International, 1992.
6. Dragica Mihajlović, Miodrag Kostić, Praktikum iz metalografije, Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu, 1971.
7. ASTM E112-10 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.
8. Yang Leng, Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods, Second Edition, 2013 Wiley-VCH Verlag GmbH&Co. KGaA.

