

# PŘÍPRAVA VZORKŮ A VYBAVENÍ METALOGRAFICKÉ LABORATOŘE

Mikroskopické pozorování správně připraveného vzorku umožňuje zjistit:

- strukturu i přibližné chemické složení materiálu
- velikost, tvar a způsob rozložení složek struktury
- velikost vyloučení různých prvků
- množství a způsob vyloučení nekovových vměstků
- vhodnost materiálu na patřičné použití, jakost tepelného zpracování případně důvod poškození materiálu



Chceme-li pozorovat mikrostrukturu materiálu, musíme odebrat část materiálu. K vyhodnocení zpravidla stačí malý, ale dobře připravený vzorek, charakterizující strukturu celého předmětu. Pro přípravu vzorků používáme následující postup:

## Odebírání materiálu

Je zbytečné připravovat velký vzorek. Za dostatečně velkou plochu stejnorodého materiálu lze pokládat plochu průřezu asi 10 x 10 mm. Při 100 násobném zvětšení tak lze provést na této ploše několik desítek samostatných pozorování struktury. Při 500 násobném zvětšení už je to okolo 2000 pozorování. U nestejnorodých materiálů například v oblasti svarů je vhodné připravit výřez, například úzký pásek přes celou hodnocenou oblast.

U poškozených předmětů je nejlepší odebrat jeden vzorek z místa defektu a druhý z neporušeného materiálu. Pro pozorování válcovaného a kovaného materiálu musí být odebraná plocha kolmá na zpracovaná vlákna nebo s nimi rovnoběžná.

Cementované, nitridované a povrchově kalené vzorky se odebírají kolmo na povrch předmětu – u těchto vzorků se posuzuje povrchová, přechodová vrstva i základní struktura materiálu.

Z tvářených tvarových předmětů a odlitků se odebírají nejméně dva vzorky, protože na strukturu materiálu má vliv tvářecí síla, chemické složení i rychlost ochlazování, které není v různých průřezích stejný.

Vzorek určený k metalografickému pozorování nesmí být tepelně ovlivněný, aby se vznikem tepla pozorovaná struktura nezměnila. Vhodné je odebírat vzorky ručně pilkou, nebo pokud je to možné lámáním. Pro tyto účely jsou metalografické laboratoře vybavovány metalografickými přesnými kotoučovými nebo rozbrušovacími pilami.

Vzorky se mohou odebrat také upichováním na soustruhu, odfrézováním i odbroušením při velmi malých otáčkách a intenzivního chlazení. K metalografické laboratoři může patřit i malá obrobna vybavena obráběcími stroji.



## Zalévání vzorků do plastů

Malé vzorky, např. dráty, plechy, šrouby, pístní kroužky atd. se zalévají do vhodného termosetu nebo pryskyřice. Chemická reakce vytvrzování plastů obvykle nepřesahují teplotu 190°C, což běžné materiály neohrožuje. Účelem zalévání vzorků je pouze fixace pozorovaného materiálu pro jeho snadnější manipulaci při dalším broušení a leštění. K tomuto účelu najdete v metalografických laboratořích kónické formy různých velikostí, skleněné podložky a metalografické jednoúčelové lisy.



## Broušení a leštění

Zkoumanou plochu vzorku brousíme sadou brusných papírů, odstupňovaných podle velikosti zrn brusiva – brousíme tzv. mokrou cestou, což znamená, že do broušeného místa je přiváděna voda. Pro tyto účely se v metalografických laboratořích používají jednokotoučové nebo vícekotoučové brusky, které mívají



regulovatelné otáčky a kotouče mají svislou osu otáčení. Vyrábí se také metalografické brusky pásové. Setkáváme se s bruskami mechanickými, kdy vzorek při broušení držíme v ruce, nebo v metalografických laboratořích můžeme vidět poloautomatické i automatické broušení vzorků.



Nejdříve se musí odstranit stopy po předchozím odebrání vzorků a pak postupně plochu dobrousíme jemnějšími brusnými papíry, až na ní nejsou viditelné stopy po předchozím broušení. Vzorkem je nutno otáčet, aby se nevytvořily stopy po jednosměrném broušení. Přiváděnou vodou jsou vzorky chlazeny, takže zde není nebezpečí poškození struktury velkým množstvím tepla.

Leštění se provádí mechanicky na plstěných nebo plátěných leštících kotoučích navlhčených vodným roztokem kysličníku chromitého  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  u tvrdších ocelí, nebo kysličníku hlinitého  $\text{Al}_2\text{O}_3$  u ocelí s menší tvrdostí (roztoky se připravují v poměru 1:20). Mechanické leštění vzorků se může provádět na metalografických bruskách, ale v metalografických laboratořích najdeme také leštičky elektrolytické nebo ultrazvukové. Můžeme se setkat i s kombinací metalografické brusky a leštičky v jednom stroji.



Po vyleštění musí být vyleštěná plocha rovinná a zrcadlově lesklá. Na mechanicky vyleštěném povrchu můžeme pozorovat póry, dutiny, grafit nebo nekovové nečistoty, které nesmí být rozmazány. Jak to zjistíme? Vyleštěný povrch opláchneme alkoholem, vysušíme proudem teplého vzduchu a potom se podíváme na vyleštěný povrch pod mikroskopem – povrch výbrusu musí vypadat jako na obrázku A – povrch na obrázku B je rozmazaný a musí se přešetřit.

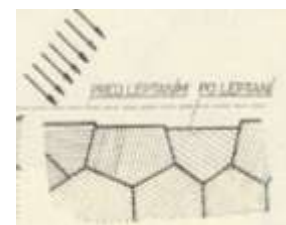
Na mechanicky vyleštěném povrchu metalografického vzorku můžeme pozorovat póry, dutiny, trhliny, grafit nebo nekovové nečistoty, ale vlastní strukturu kovů nevidíme, protože leštěním vzniká na povrchu souvislá, jakoby rozmazaná vrstva kovu nazývaná Beilbyho (B – vrstva).



Struktura vzorků, které se leští elektrolyticky nebo mechanicky je viditelná už po vyleštění.

## Odkrývání a vyvolání mikrostruktury leptáním

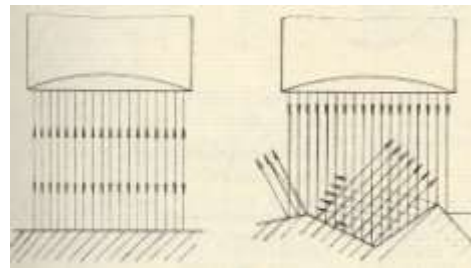
Na odstranění B – vrstvy a na vyvolání struktury se používá chemické leptání. Při leptání musí být ponořená celá plocha vzorku. Při leptání je nutno vzorkem pohybovat. Leptaný výbrus má matný vzhled a pod mikroskopem jsou vidět vykreslené hranice zrn. Pro malé zvětšení mikroskopu leptáme delší čas a naopak. Naleptaný výbrus opět opláchneme alkoholem a osušíme proudem teplého vzduchu.



Působením vhodného leptadla (kyselina dusičná, kyselina sírová, lučavka královská na nerezy), vzniká reliéf vlivem různé rozpouštěcí schopnosti a tvrdosti jednotlivých strukturních složek. Povrch vzorku se skládá z jemných stupínků, které mají různý sklon. Dopadající svazek paprsků se od nich odráží pod různými úhly.

Čím se úhly odrazu některých povrchu zrn blíží pravému úhlu, tím se tyto zrna jeví světlejší.

Na pozorování mikrostruktury vzorků se používají metalografické mikroskopy různých konstrukcí. Metalografické mikroskopy jsou v laboratoři umístěny v oddělené tmavé místnosti. Mikrostruktury se mohou vyhodnocovat opticky, nebo pomocí software.



Pro pozorování mikrostruktur oceli se používá nejčastěji zvětšení 1 200x. Pro pozorování litin se užívá běžné zvětšení 500x.

Zvětšení mikroskopu je dáno součinem zvětšení mezi okulárem a objektivem.



Pro pozorování mikrostruktur lze mimo optických mikroskopů dále použít:

- **Elektronová mikroskopie** - transmisní mikroskop je vybaven buď elektrostatickými, nebo nověji elektrodynamickými čočkami a předmět je ohmatáván směrovaným paprskem elektronů. Využívá se buď průchodu paprsku velmi tenkou fólií nebo odrazu na pořízeném otisku povrchu do vhodné látky. Nové typy tzv. rastrovacích elektronových mikroskopů umožňují pozorování proudem elektronů odražených od povrchu vzorku. Vyznačují se velikou hloubkou ostrosti a vcelku nenáročnou přípravou vzorků.
- **Rentgenová a elektronová difraktografie** (difrakce = ohyb) - využívá odklonění rentgenových paprsků při průchodu krystalem, jehož se využívá např. při objasnění krystalových struktur (vliv má odraz, ohyb, rozptyl paprsků a jejich interference). Jako vzorky se používají vzorky malých rozměrů, monokrystaly nebo i práškové vzorky. Monokrystaly jsou zkoumány pomocí rentgenových paprsků různých vlnových délek. U všech metod se kvůli interferenci vyskytují v určitých směrech rozdíly v jasnosti, a ty mohou být např. zviditelněny na fotografickém materiálu (desce). U elektronové difraktometrie dáváme tenký vzorek do cesty paprsku vysokoenergetických elektronů a zjišťujeme jejich rozptyl po průletu. Často bývá doplňkem elektronového mikroskopu.
- **Rentgenová spektroskopie** - metoda chemické analýzy. Při emisní analýze je zkoumaná látka antikatodou rentgenové lampy a při jejím ozařování vzniká emisní spektrum; používá se k analýze pevných vzorků (kovy, krystaly). Při absorpční analýze prochází záření vzorkem a vzniká absorpční spektrum; používá se např. ke zjišťování tloušťky ocelových plechů a pásů při válcování.

Další informace najdete na webových stránkách:

[www.leco.com](http://www.leco.com) – zde je možno stáhnout i metalografický katalog.