

Článek byl napsán panem G. Vander Voort (Director of Research and Technology, Buehler Ltd.) a byl původně publikován v Buehler's *Tech-Notes* Volume 1, Issue 3 publikovaných firmou Buehler a je zde publikován s laskavým svolením pana G. Vander Voorta. Překlad: HANKO Praha s.r.o.

## Svět za zobrazením ve světlém poli!

### Režimy metalografického zobrazování

Mikroskop pracující s odraženým světlem je nejběžnějším nástrojem pro studování struktury kovů. Již dlouho se ví, že mikrostruktura kovů a slitin výrazně ovlivňuje mnoho jejich vlastností. Mechanické vlastnosti (pevnost, houževnatost, tažnost, atd.) jsou ovlivněny mnohem více než vlastnosti fyzikální (mnohé z nich jsou na mikrostruktuře nezávislé). Strukturu kovů a slitin můžeme pozorovat na několika úrovních – jako makrostrukturu, mikrostrukturu nebo ultra-mikrostrukturu.

Při studiu mikrostruktury určuje metalograf, které fáze nebo složky se ve struktuře objevují, jejich relativní podíl, velikost, rozložení a uspořádání. Mikrostruktura je založena na chemickém složení slitiny a na jednotlivých krocích výrobního procesu. Pro vyhodnocování se vyřezává malý reprezentativní vzorek z velkého kusu (např. odlitku, výkovku, válcovaného sochoru, plechu, nebo drátu).

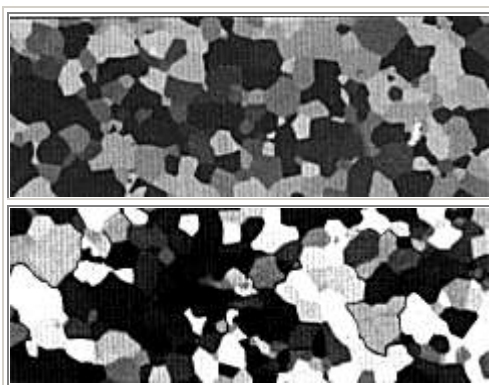
V první řadě se musí vzorek zbavit jakéhokoliv poškození způsobeným řezáním, broušením nebo leštěním. Jinak nebude možné pozorovat skutečnou, tj. věrnou strukturu a vyhodnocení bude nepřesné. Vzorky se nejprve pozorují v leštěném stavu ve světlém poli, aby se vyhodnotily složky, které jsou barevně odlišené od matrice. Běžně se tento postup používá při stanovení intermetalických fází, grafitu nebo nekovových vměstků a jiných malých složek, které se mohou ve struktuře vyskytovat, jako např. nitridy, karbo-nitridy a boridy. Další malé precipitáty mohou být také pozorovány, i když mají stejnou odrazivost jako základní kov, ale pouze pokud mají výrazně jinou tvrdost a při leštění dochází k rozdílné rychlosti úběru. Vzhledem k okolní matici jsou tyto precipitáty buď výrazně nad, nebo pod maticí a mohou být pozorovány pomocí DIC (diferenciálního interferenčního kontrastu). Zobrazení ve světlém poli je ale přesto zdaleka nejběžnějším způsobem pozorování v metalografii.

### Polarizované světlo

Některé kovy a slitiny, které nemají kubickou krystalovou strukturu, jsou lépe pozorovatelné kříženým polarizovaným světlem. (např. je-li polarizační směr polarizátoru a analyzátoru vzájemně posunut o 90°, světlo zaniká). Pokud pozorujeme kov nebo slitinu s krychlovou mřížkou (jako je ocel) polarizovaným světlem, zorné pole je rovnoměrně tmavé, nepozorujeme žádné strukturní detaily. Ale když pozorujeme vyleštěný povrch beryllia, kadmia, hořčíku, alfa-titanu, uranu, zinku nebo zirkonia kříženým polarizovaným světlem, mikrostruktura je jasně zřetelná.

Metalurgický mikroskop má obvykle syntetický filtr jak na polarizátoru, tak na analyzátoru. Polarizátor bývá umístěn před světelným zdrojem, analyzátor se vkládá před okulár. Jsou-li jejich polarizační osy navzájem natočeny o 90°, pak světlo pak neprochází. Polarizace hranolem se používá méně často, je dražší, ale obecně poskytuje lepší výsledky. Bohužel jsou málokdy k dostání jako příslušenství k metalurgickému mikroskopu. Jako příklad vyhodnocování polarizovaným světlem,

obrázek 1 zobrazuje leštěný, neleptaný vzorek polykrystalického beryllia, pozorovaný dvěma způsoby polarizovaným světlem.

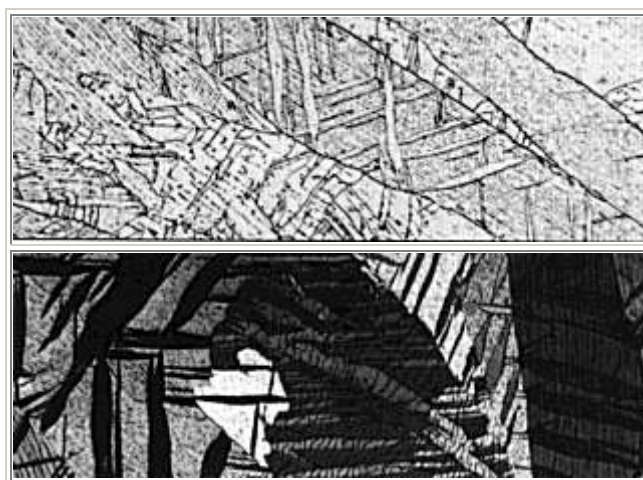


Obrázek č. 1. Vliv nastavení polarizovaného světla na kvalitu obrázku a expoziční čas (Tri-X Ortho, 320 ISO, 4 x 5" plan film, 50x)

Horní obrázek - použití filtru Polaroid (horní obr.) pro polarizátor i analyzátor, expozice 32s; Dolní obr. - použití Ahrensova hranolu pro polarizátor, Berekova hranolu pro před-polarizátor a Polaroid filtr pro analyzátor – expozice 25s. Spodní obr. je lepší (také je lepší jeho barevnost).

Obrázek č. 1 (horní) zobrazuje strukturu viděnou pomocí Polaroidních filtrů pro polarizátor i analyzátor ve zkřížené pozici. Obraz je rovný a bezbarvý (všechny obrázky jsou zde pouze černobílé). Dolní obrázek č. 1 ukazuje výsledky získané při použití Ahrenova hranolu pro polarizátor a Berekova hranolu na před-polarizátor. Obraz je výborný, s dobrou barevností (zde opět pouze černobílý) při expozici 25s. Vzorek byl pozorován na mineralogickém mikroskopu Leitz Orthoplan. Ačkoliv jsou hranolové polarizátory a před-polarizátory dražší než plochý filtr Polaroid, poskytují nejlepší kvalitu polarizovaného světla. Jsou však vyžadovány kvalitní objektivy bez vnitřního pnutí.

Struktura některých kovů, které jsou pozorovatelné v polarizovaném světle, může být vyvolána i leptáním. Ale většinou je mikrostruktura těchto kovů více zřetelná v křížem polarizovaném světle v leštěném a neleptaném stavu. Na obrázku č. 2 je toto ukázáno na vzorku litého zinku.

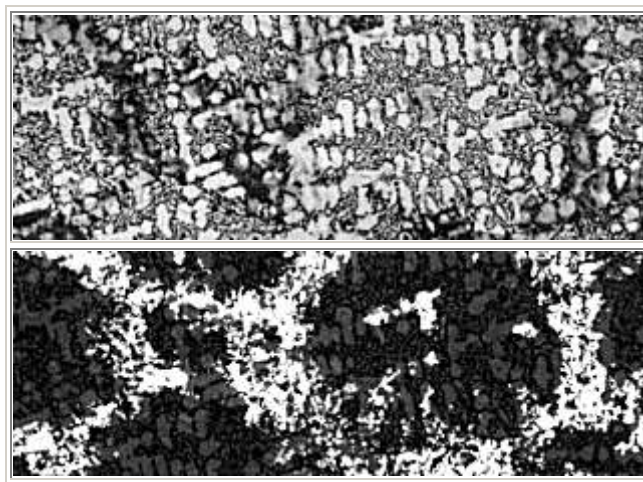


Obrázek č. 2. Mikrostruktura litého zinku s dvojčaty (Neumannovými pásy) pozorovaná ve světlém poli (horní obr.) po leptání a v křížem polarizovaném světle (dolní obr.) bez leptání, zvětšeno 50x.

Obrázek č. 2 (nahore) zobrazuje sloupcovou litou strukturu s mechanickými dvojčaty (čočkovité pásy uvnitř hrubých prodloužených zrn) pozorovanou ve světlém poli po leptání vodným roztokem  $\text{CrO}_3$  a  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Pro porovnání, dolní obrázek č. 2 zobrazuje tutéž strukturu, jen pozorovanou polarizovaným světlem na nenaleptaném vzorku. Obě struktury jsou jasně zřetelné, ale obraz z polarizovaného světla je přece jen o trochu živější.

Křížem polarizované světlo má v metalografii omezené použití, protože mnoho kovů má krychlovou krystalovou mřížku. Ale některé sekundární fáze krychlové mít nemusí a jsou krásně pozorovatelné v polarizovaném světle. Např. nodule grafitu v tvárné litině se běžně zkoumají polarizovaným světlem, protože růstový vzorec grafitu je velice zajímavý.

V některých případech mohou být kovy s krychlovou krystalickou mřížkou s výhodou pozorovány v polarizovaném světle. Barevně leptané vzorky se takto často studují, do cesty světlu se vkládá jemně zbarvený filtr, aby se zvýraznily barevné efekty. Některé struktury, naleptané běžnými leptadly, jsou také pěkně viditelné pod polarizovaným světlem. Např. jemný perlit v oceli nebo jakákoliv jiná jemně lamelární eutektoidní nebo eutektická struktura jsou krásné v polarizovaném světle, ačkoliv není možné takto odhalit ve struktuře něco jiného než zobrazením ve světlém poli. Obrázek 3 zobrazuje příklad eutektických buněk v šedé litině, která je pozorována ve světlém poli (horní obrázek) a v polarizovaném světle (dolní obrázek), kdy je struktura ještě zvýrazněná.



Obrázek 3. Mikrostruktura šedé litiny, leptané 2% Nitalem a pozorovaná ve světlém poli (horní obrázek) a v polarizovaném světle (dolní obrázek), zvětšeno 100x.

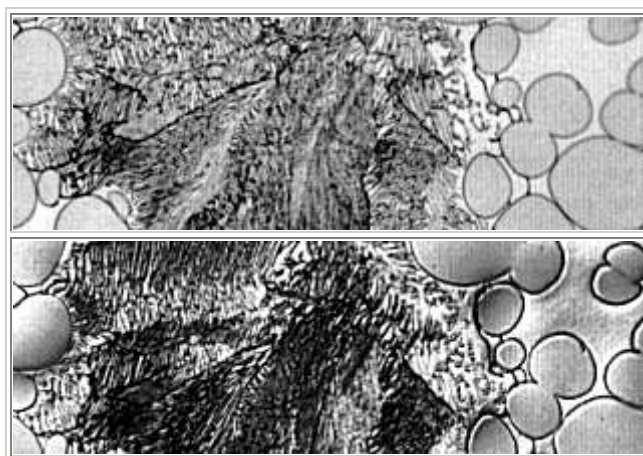
## Svět mimo zobrazení ve světlém poli!

### Diferenciální interferenční kontrast DIC

Ačkoliv je vlastní zobrazení ve světlém poli zdaleka nejrozšířenějším způsobem zobrazení u všech metalografů (kromě těch, kdo pracují výhradně s kovy jako Be, U, Cd, Zr, atd.), vzrůstá obliba použití diferenciálního interferenčního kontrastu. Nomarského systém je nejpoužívanější pro DIC. Zobrazuje výškové rozdíly, které nejsou pozorovatelné ve světlém poli. Před mnoha lety se výškové rozdíly pozorovaly pod šikmým zářením. Ale tato metoda osvětlovala celé zorné pole nerovnoměrně a tím snižovala rozlišení. Nomarského DIC může odhalit rysy struktury

nepozorovatelné ve světlém poli ne zvýšením rozlišení, ale zlepšením kontrastu obrazu.

Obrázek 4 zobrazuje použití DIC při pozorování wolframové slitiny těžkého kovu (W-7%, Ni-3%, Fe), leptané činidlem Kalling 2.



Obrázek 4. Mikrostruktura wolframové slitiny těžkého kovu (W 7%, Ni 3%, Fe), leptané činidlem Kalling 2, pozorovaná ve světlém poli (horní obr.) a s Nomarského DIC (dolní obr.), zvětšeno 400x.

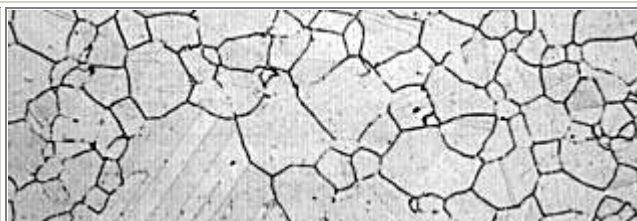
Zobrazení ve světlém poli zobrazuje částice téměř čistého wolframu v Ni-Fe matrici a nežádoucí lamelární složku. Zobrazení pomocí Nomarského DIC odhaluje tu samou strukturu, ale daleko zřetelněji.

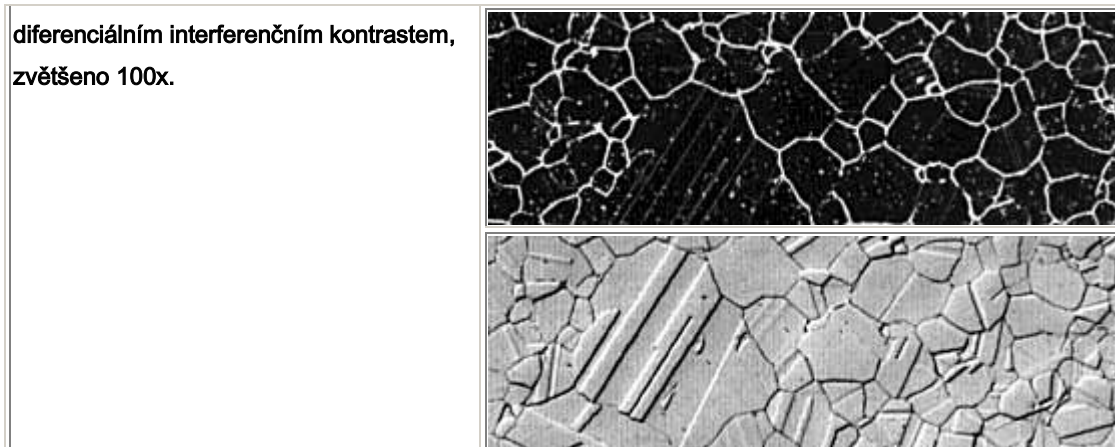
## Svět mimo zobrazení ve světlém poli!

### Tmavé pole

Metalografové občas používají i zobrazení v tmavém poli (mikroskopie tmavých polí). Pouze některé fáze jsou dobře viditelné v tmavém poli. U slitin mědi, jako např. dezoxidovaná elektroodivná Cu, jsou oxidy mědi jasně vidět v tmavém poli, zatímco sulfidické fáze nejsou. Při zobrazení ve světlém poli se jeví fáze stejné. Tmavé pole, stejně jako DIC, může odhalit strukturní složky, které nejsou ve světlém poli. Tmavé pole i DIC zvyšují kontrast obrazu většiny mikrostruktur. Efekt samovolného záření v tmavém poli poskytuje vyšší rozlišení a jasnost oproti světlému poli. Tmavé pole pohltí všechno světlo rozptýlené nerovnostmi, trhlinami, póry, škrábanci, atd. Proto je vhodné použít tuto metodu při hodnocení zrn. Obrázek 5 zobrazuje strukturu zrna slitiny Waspaloy, niklové superslitiny, po rozpouštěcím žihání a dvojitým stárnutí, leptané glycerem.

Obrázek 5. Struktura austenitického zrna Waspaloy, niklové superslitiny, leptané glycerem, pozorovaná ve světlém poli (nahore), v tmavém poli (střed) a pomocí

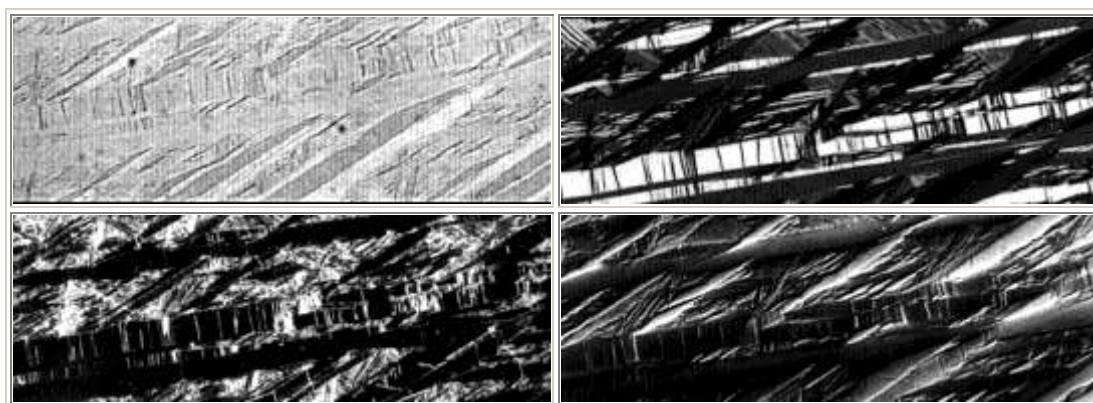




Obrázek 5 (nahore) zobrazuje strukturu ve světlém poli, kde je částečně vyvinutá struktura zrn a slabě vystupují žíhací dvojčata (slabé rovnoběžné linky uvnitř zrn). Na prostředním obrázku 5 je zobrazena ta samá oblast, jen v tmavém poli. V podstatě je tu obrácený kontrast, ale všechna zrna a dvojčata jsou vidět mnohem zřetelněji. Také se zviditelnily precipitáty v zrnech (jemné bílé tečky). Dolní obrázek 5 odhaluje tu samou strukturu, ale pozorovanou pomocí DIC, která zobrazuje strukturu zrna asi nejlépe. Je zde vidět, jak leptadlo selektivně působí na jednotlivé strukturní složky.

### Svět mimo zobrazení ve světlém poli!

Jako poslední příklad výhody použití alternativních způsobů zobrazení, obrázek 6 ukazuje eutektoidní mikrostrukturu hliníkového bronzu (Cu - 11,8hm.% Al) tepelně zpracovaného tak, aby vznikl martenzit. Tato struktura u této slitiny se velice těžko zviditelní leptáním a proto je nejlepším způsobem pozorovat ji v leštěném stavu pod zkříženým polarizovaným světlem.



Obrázek 6. Martenzit v tepelně zpracovaném hliníkovém bronzu (Cu – 11,8hm.%Al), leštěný povrch pozorovaný ve světlém poli (vlevo nahoře), zkříženým polarizovaným světlem (vpravo nahoře), v tmavém poli (vlevo dole) a DIC (vpravo dole), zvětšeno 200x

Na obrázku 6 vlevo nahoře je struktura ve světlém poli. Protože vzorek není naleptán, není struktura jasně zřetelná. Leštěním se ale vytvořil na povrchu reliéf, takže i ve světlém poli vidíme náznak struktury. Vpravo nahoře je obrázek z křížem polarizovaného světla, martenzit vidíme ostřeji a jasněji. Díky povrchovému reliéfu

jak tmavé pole, tak DIC zviditelní martenzitickou fází, ale ne tak dobře jako polarizované světlo.