

Piotr Borsuk	Stopy Odlewnicze	15.01.2024r.
Rok 2, Nr. Grupy 1	Metalografia i mikroskopowa analiza stopów metali.	Ocena

Wstęp teoretyczny

Własności metali i stopów metali zależą od ich budowy wewnętrznej. Wiedzę w tym zakresie uzyskuje się przeprowadzając badania struktury. Można wymienić kilka powodów, dla których się je przeprowadza, tj.:

- badania podstawowe,
- poznanie historii wykorzystania lub eksploatacji przedmiotu, np. badania poawaryjne, badania obiektów archeologicznych,
- monitorowanie procesów wytwarzania,
- określenie przydatności danego tworzywa do konkretnych, praktycznych zastosowań.

Badania struktury wykonuje się dla trzech zakresów powiększeń, jako:

- badania makrostrukturalne (skala milimetrowa),
- badania mikrostrukturalne (skala mikrometrowa),
- badania krystalograficzne (skala nanometrowa).

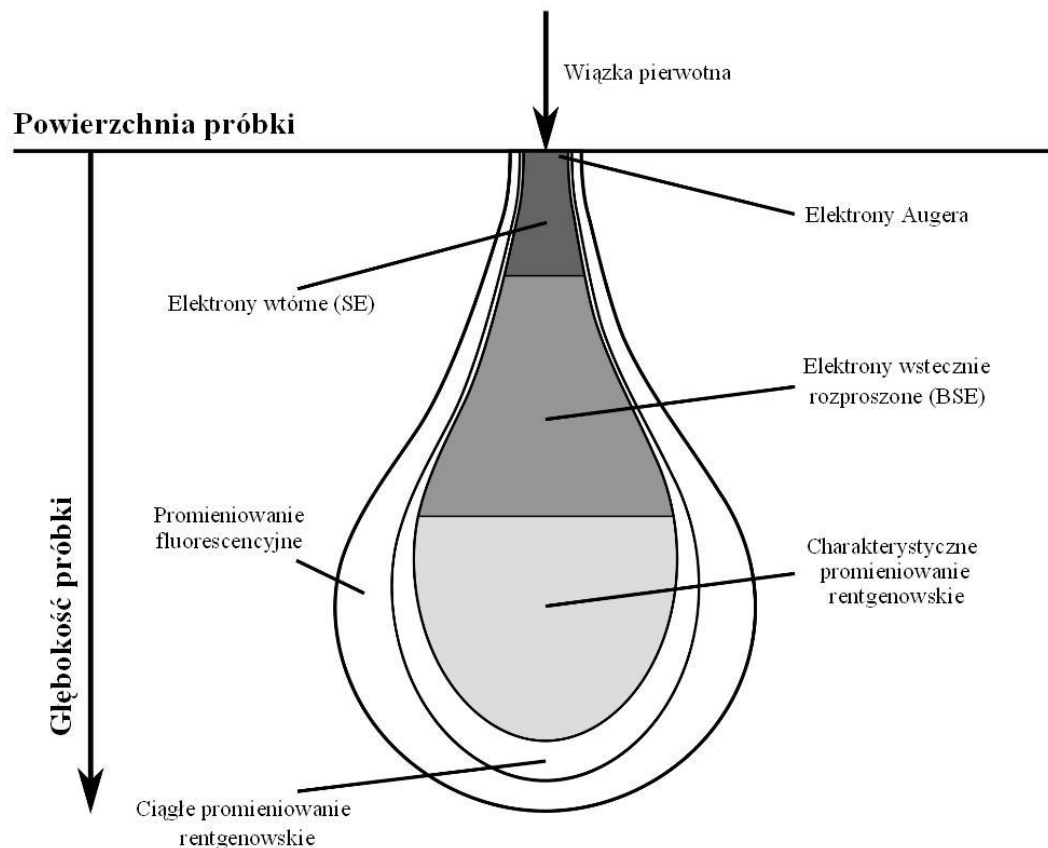
Mikroskopia jest to metoda badawcza wykorzystywana w wielu dziedzinach nauki, przemysłu i techniki. Zajmuje się badaniem obiektu poprzez obserwacje z zastosowaniem światła widzialnego, fluorescencji, podczerwieni, elektronów lub też promieni X. Metoda ta opiera się na tworzeniu powiększonego obrazu przedmiotu najczęściej w transmisyjnej mikroskopii optycznej i elektronowej i oparta jest na podobnych zasadach optyki. W typowym mikroskopie optycznym światło żarówki zostaje skupione przez soczewkę kondensora (lub lustro wklęsłe) i przechodzi przez częściowo przezroczysty preparat. Obraz preparatu jest następnie powiększany przez soczewki obiektywu, okularu i odtwarzany bezpośrednio na siatkówce ludzkiego oka. Podobnie tworzony jest obraz w transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Przy czym użyty rodzaj promieniowania (elektrony), rodzaj soczewek, jak też warunki odtworzenia obrazu widocznego okiem obserwatora, różnią się dość istotnie.

Mikroskopia elektronowa od momentu wynalezienia transmisyjnego mikroskopu elektronowego stała się kluczową techniką pozwalającą obserwować struktury i materiały na poziomie atomowym. W tym zakresie zastosowanie znalazły różne techniki mikroskopowe, w tym:

- Transmisyjna mikroskopia elektronowa - TEM (Transmission Electron Microscopy),
- Skaningowa mikroskopia elektronowa - SEM (Scanning Electron Microscopy),
- Skaningowa transmisyjna mikroskopia elektronowa - STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy),
- Spektroskopia dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego - EDS (Energy Dispersive Xray Spectroscopy)
- Spektroskopia strat energii elektronów - EELS (Electron Energy-Loss Spectroscopy).

Istnieje termin „gruszka SEM” w kontekście kształtu, to chodzi o charakterystyczny kształt rozpraszania elektronów zarejestrowany podczas skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM). W przypadku SEM, elektrony są skierowane na próbkę, a następnie detektuje się rozproszone elektrony. Kształt tego rozpraszania może mieć różne formy, a "gruszka" może odnosić się do charakterystycznego wyglądu obrazu rozpraszania elektronów, który może przypominać kształt gruszki. Ten kształt może wynikać z różnic w składzie chemicznym i topografii powierzchni próbki.

W praktyce, kształt rozpraszania elektronów może dostarczać informacji na temat struktury powierzchni próbki, jej składu chemicznego lub innych właściwości.



Zdjęcie 1. Gruszka SEM.

Przebieg ćwiczenia

Do doświadczenia użyto mikroskopu Leica MEF4M sprzężonego z oprogramowaniem Qwin Standard.



Zdjęcie 1. Mikroskop Leica MEF4M

Przeprowadzono analizę ilościową:

1. Liczba Cząstek na Milimetr Kwadratowy ($1/\text{mm}^2$): Dzięki obserwacji żeliwa D5S pod mikroskopem w powiększeniu 10-krotnym, byliśmy w stanie zanotować liczbę kulek grafitu będących ziarnami eutektycznymi wynoszącą średnią liczbę 553 kulek na mm^2 .
2. Jednorodność: Oceniono jednorodność rozmieszczenia cząstek grafitu w próbce.
3. Rozkład Wielkości (średnie): Średnia średnica ekwiwalentna kulek grafitu wynosiła 12,86 mikrometrów.
4. Udział Grafitu: Udział grafitu (cząstek izolowanych) w próbce żeliwa wynosił 10,44%.
5. Odległość między Cząstkami Grafitu (λ): Zastosowano wzór Fulmana do obliczenia odległości między cząstkami grafitu. Wartość ta wynosi 126.

$$\bar{\lambda} = \frac{\pi(1 - V_v)}{L_A} [\text{mm}]$$

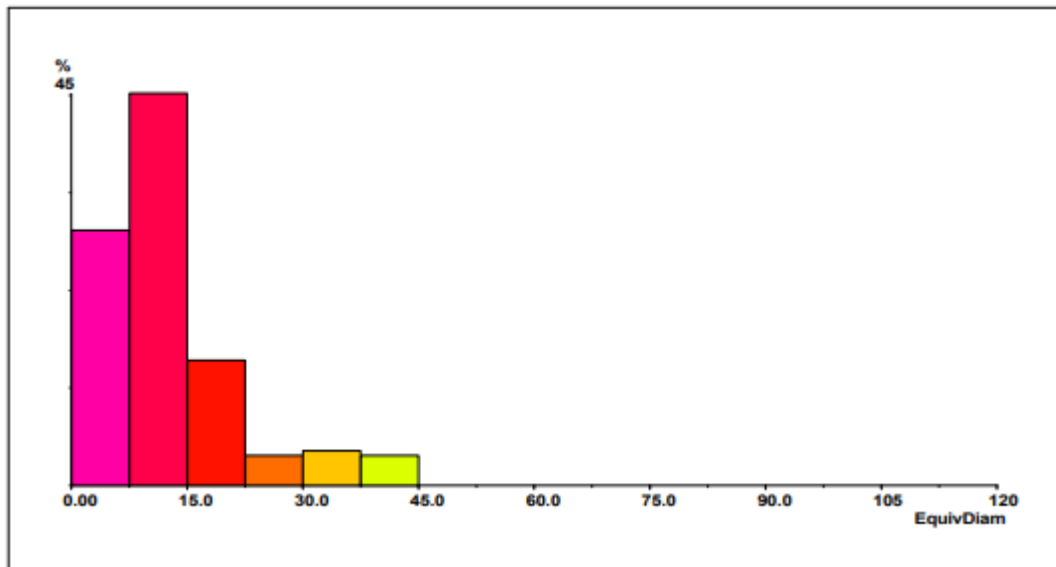
Gdzie:

V_v – udział grafitu

L_A – $d * a_n$ (średnia średnica ekwiwalenta * liczba kulek grafitu)

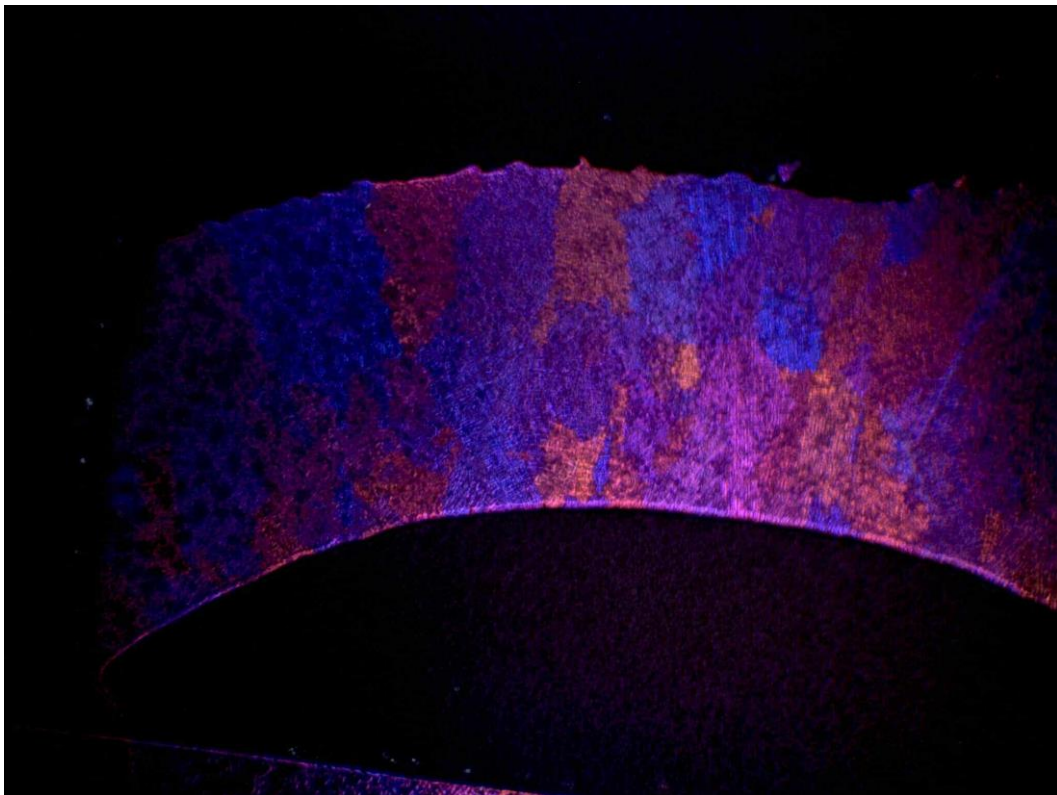
6. Kształt: Analizowano kształt cząstek grafitu, zarówno płatkowego jak i kulkowego. Najlepiej było to zauważalne pod obserwacją mikroskopem z powiększeniem 100x.

Dzięki histogramowi jesteśmy w stanie wykryć próg detekcji kulek grafitu $L=5\mu m$



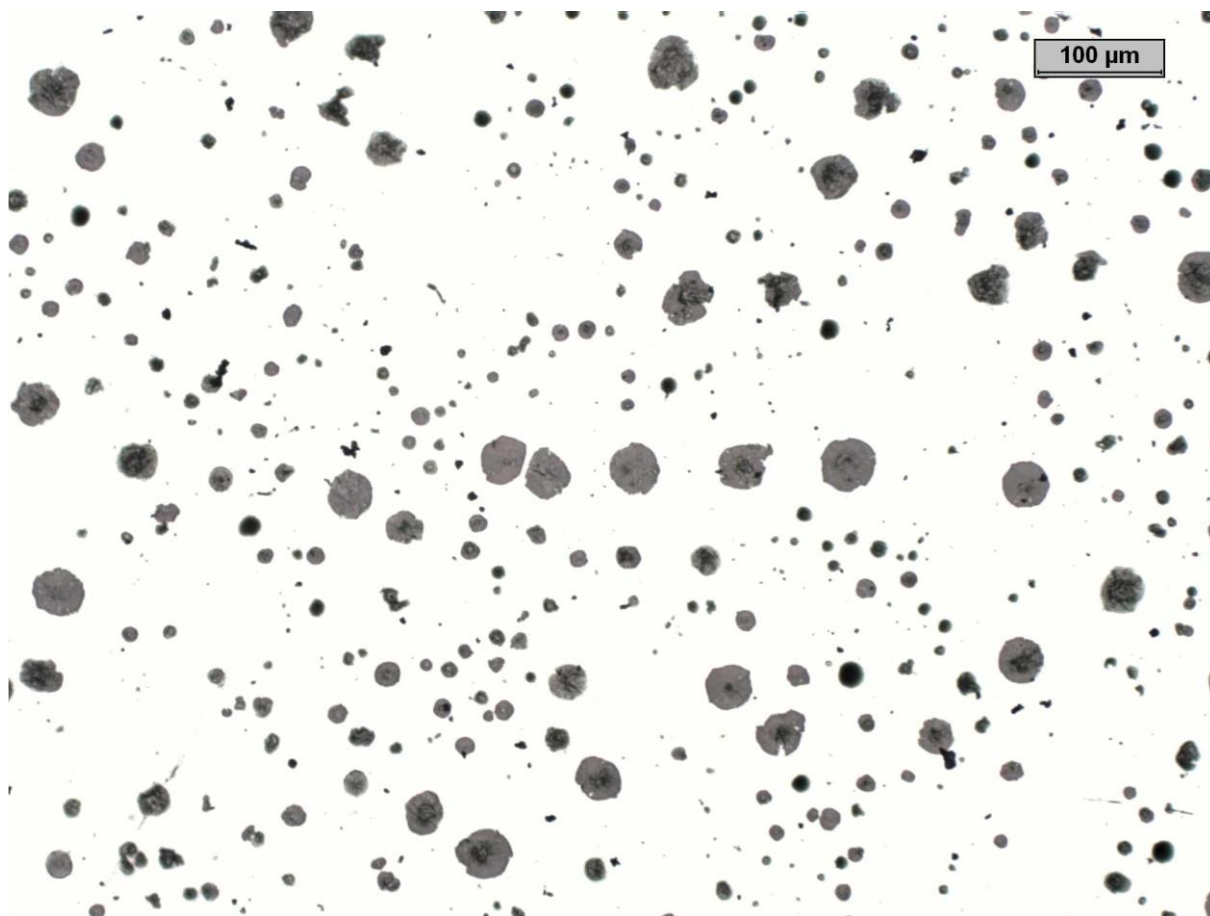
Wykres 1. Histogram

Obserwowano żeliwo D5S pod 10-krotnym powiększeniem.



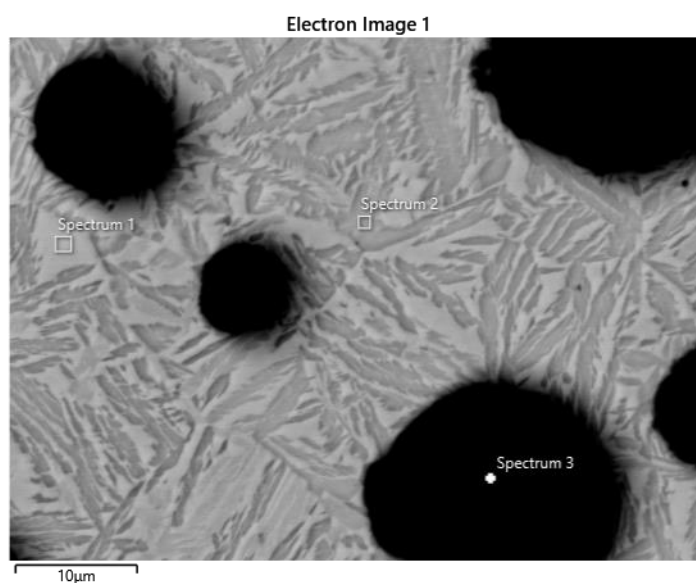
Zdjęcie 2. Żeliwo austeniczne D5S (makrostruktura) w powiększeniu 10x

Obserwowano mikrostrukturę żeliwa D5S. Łatwe do zauważenia występowanie grafitu w postaci chunky oraz kulkowego.

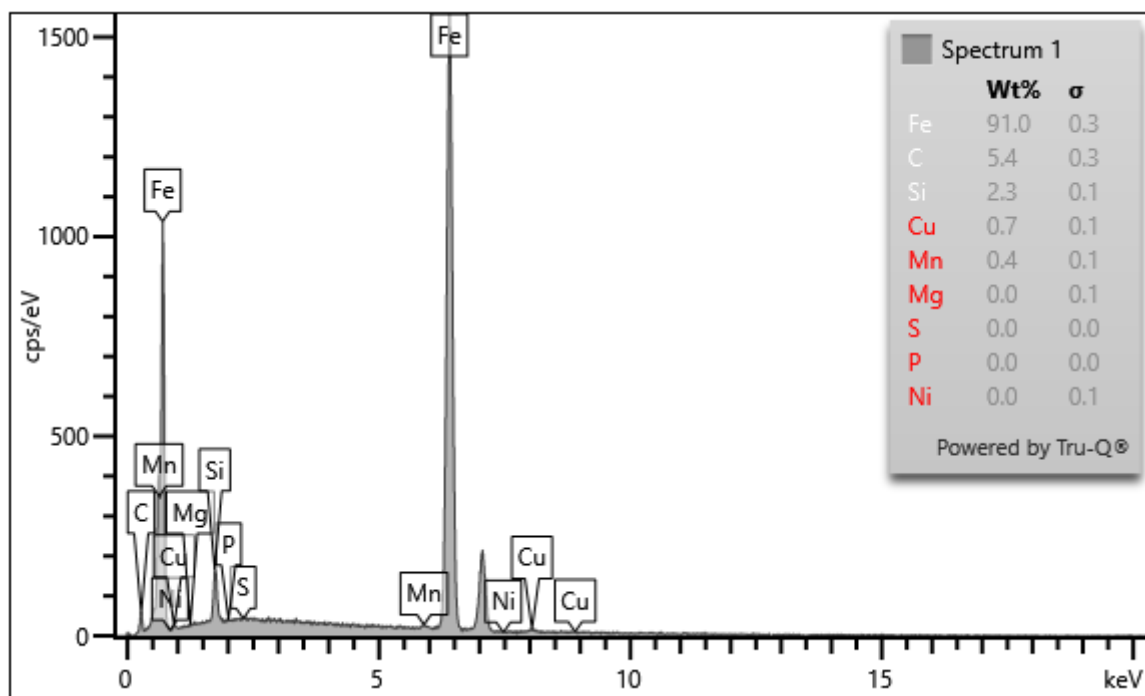


Zdjęcie 3. Mikrostruktura żeliwa D5S przy powiększeniu 100x.

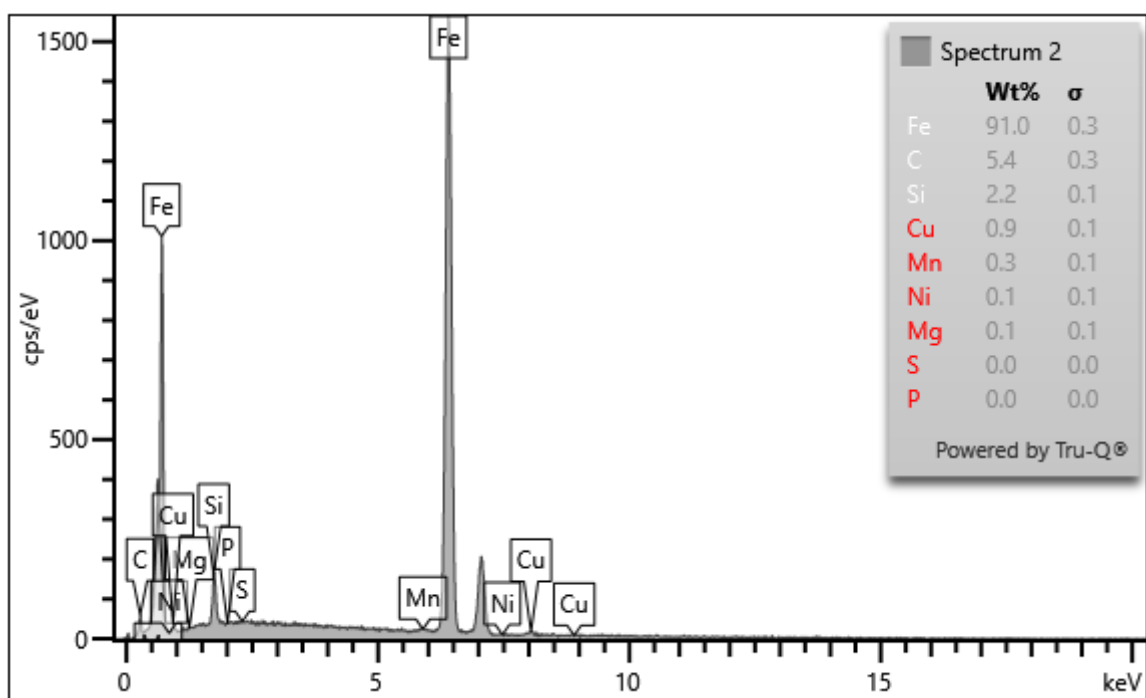
Wybrano 3 miejsca do obliczania składu chemicznego.



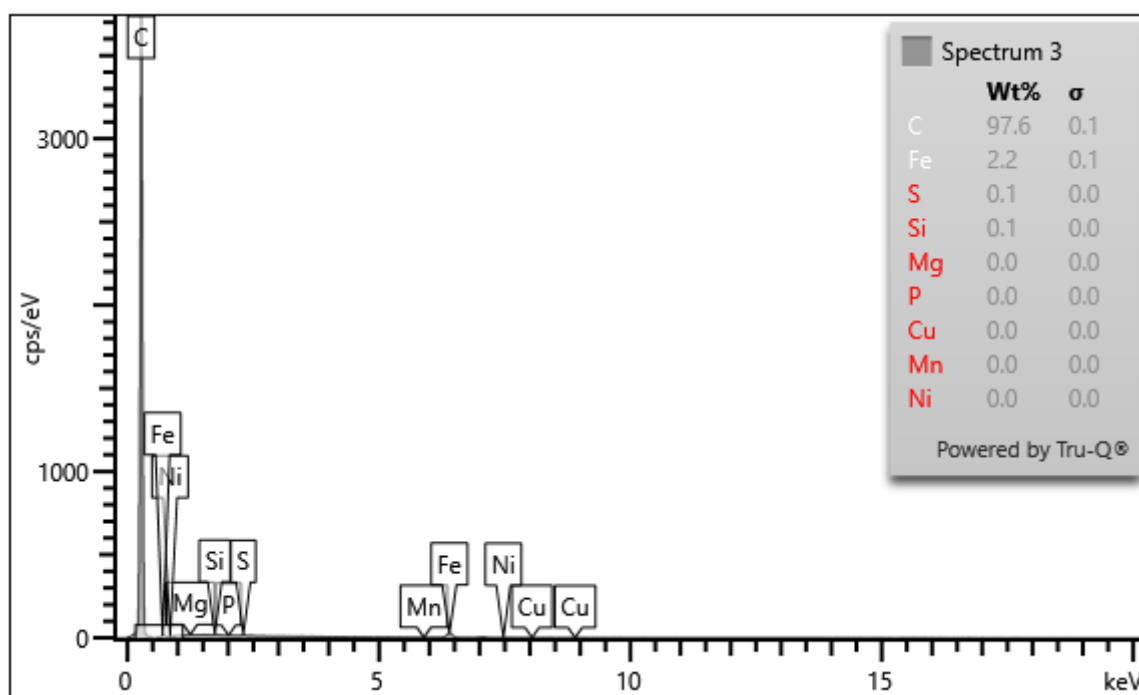
Zdjęcie 4. Żeliwo austenityczne D5S pod spektrometrem.



Wykres 2. Wyniki zawartości pierwiastków chemicznych w Spectrum 1



Wykres 3. Wyniki zawartości pierwiastków chemicznych w Spectrum 2

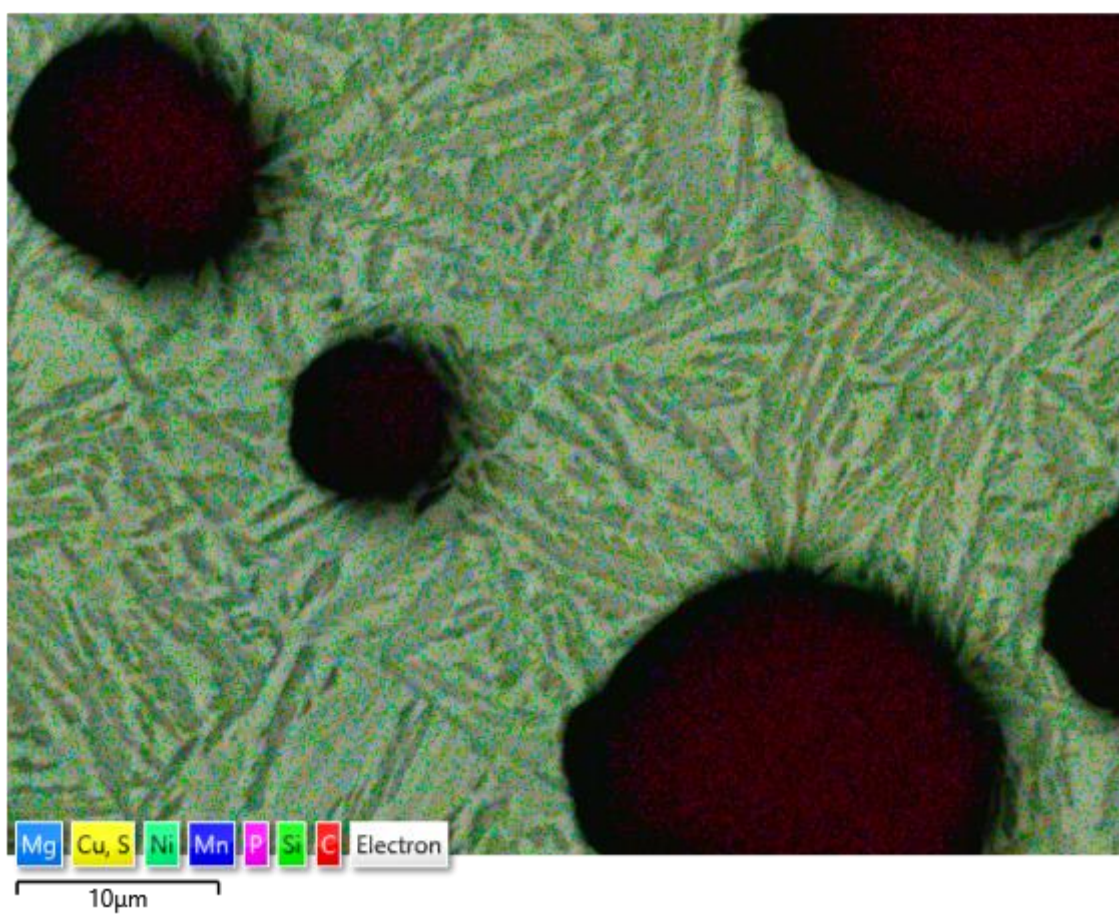


Wykres 4. Wyniki zawartości pierwiastków chemicznych w Spectrum 3

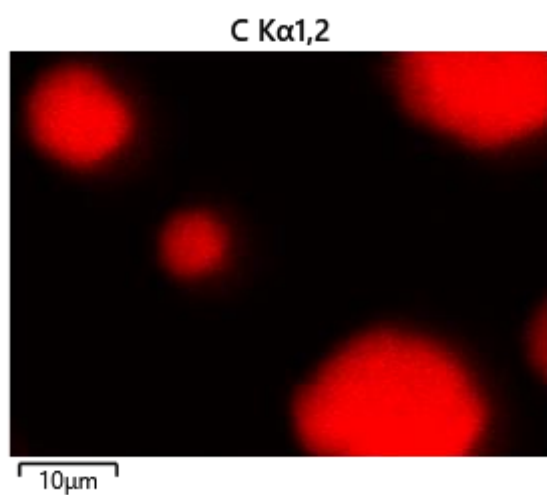
Tabela 1. Porównanie wartości na 3 miejscach

	Fe	C	Si
Spectrum 1	91.0	5.4	2.3
Spectrum 2	91.0	5.4	2.2
Spectrum 3	2.2	97.6	0.1

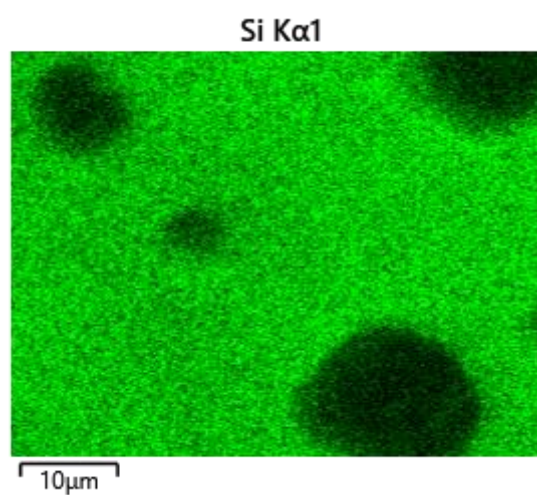
EDS Layered Image 1



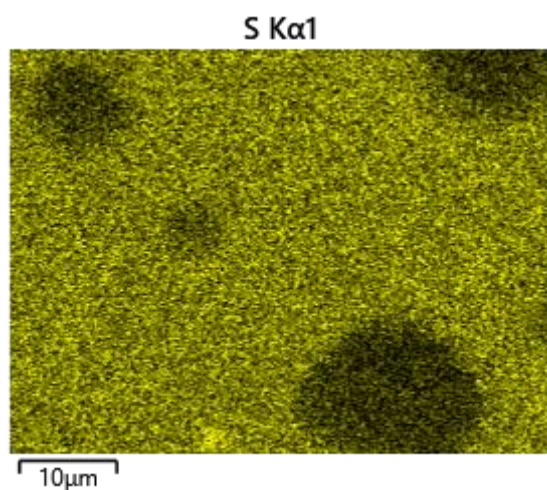
Zdjęcie 5. Warstwowy obraz D5S przy metodzie EDS



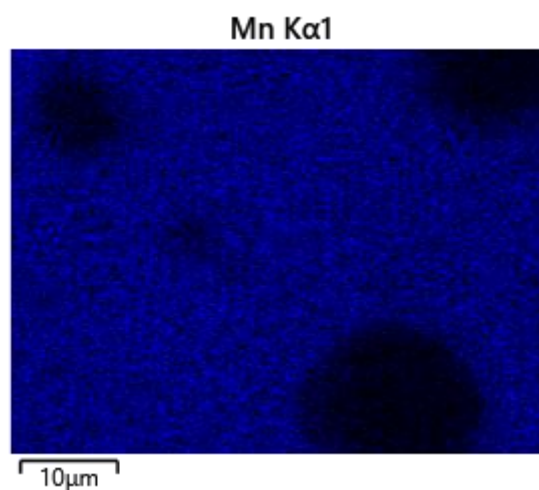
Zdj. 6. Widoczna zawartość węgla.



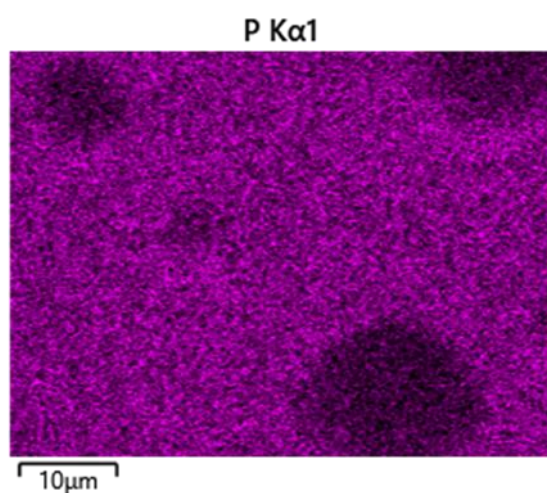
Zdj. 7. Widoczna zawartość krzemu



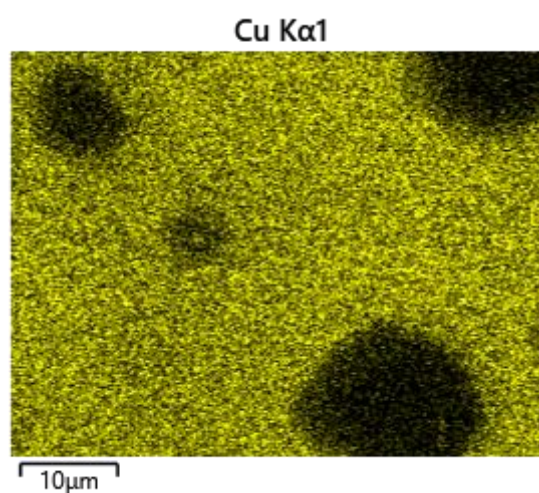
Zdj. 8 Widoczna zawartość siarki



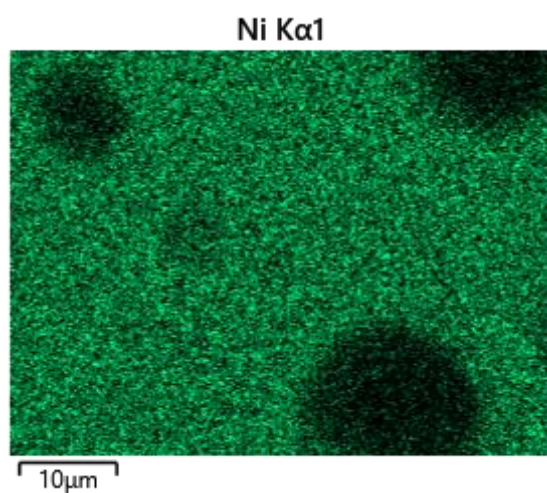
Zdj. 9. Widoczna zawartość manganu



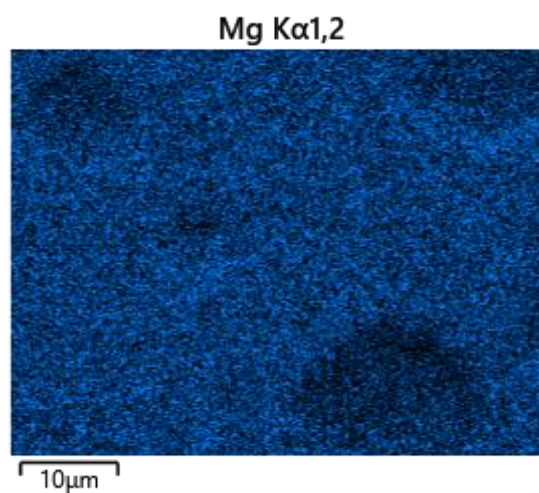
Zdj. 10. Widoczna zawartość fosforu



Zdj. 11. Widoczna zawartość miedzi.



Zdj. 12. Widoczna zawartość niklu



Zdj. 13. Widoczna zawartość magnezu

Wnioski

Celem analizy było uzyskanie głębszego spojrzenia na strukturę żeliwa i zrozumienie, w jaki sposób jej mikroelementy wpływają na charakterystyki fizyczne i mechaniczne tego materiału.

Bezpośredni wpływ na właściwości mechaniczne żeliwa ma jednorodność rozmieszczenia i ilość grafitu. Różnorodność w procesie krystalizacji żeliwa sugeruje bimodalny rozkład wielkości kulek grafenu. Zastosowanie Wzoru Fulmana umożliwiło dokładniejsze zrozumienie wpływu mikrostruktury na właściwości fizyczne. Kluczowa jest odległość między cząstkami grafitu dla analizy wytrzymałości i odporności na uszkodzenia.

System EDS precyzyjnie zidentyfikował skład chemiczny, niezbędny w inżynierii materiałowej i kontroli jakości. Identycznie, analiza umożliwiła rozpoznanie obecności innych faz, takich jak węgliki, wpływające na właściwości żeliwa. Wady strukturalne, takie jak grafit chunky i osnowa, zostały opisane, co pozwala na lepsze zrozumienie zachowania materiału w różnych warunkach użytkowania.