10.05. 17 XI 01

INSTITUTUL POLITEHNIC DIN CLUJ-NAPOCA

18. dec '01

Prof.Dr.ing. HORIA COLAN
Conf.Dr.ing. EUGEN BICSAK
Sef de lucrări ing. MIHAELA FIRĂNESCU
Sef de lucrări Dr.ing. DELIA CHIOREANU
Sef de lucrări ing. TRAIAN DOBRA
Sef de lucrări ing. VIOREL CÂNDEA

VENKSEL Nr. 1611

STUDIUL METALELOR

VERIFICAT 2002

INDRUMĂTOR PENTRU LUCRĂRI DE LABORATOR

CARTEA TEHNICĂ
BIBLIOTECA
Nr. 136.201

Coordonarea lucrării
Prof.Dr.ing. HORIA COLAN

ATELIERUL DE MULTIPLICARE - INSTITUTUL POLITEHNIC CLUJ-NAPOCA

1988

...a-
...uturi
...teristi-
... apare lo-

difractometriei cu raze X. In sfîrşit, în mai multe capitole, este prezentat studiul microstructurii oţelurilor, fontelor şi aliajelor neferoase în stare de echilibru sau în urma unor tratamente termice sau mecanice. Microstructurile sînt realizate prin desenare, ceea ce măreşte gradul de schematizare al lor, deci posibilitatea de înţelegere şi reţinere din partea studenţilor. Cititorul îşi poate forma o imagine mai generală, mai de ansamblu, mai caracteristică pentru structura respectivă, imagine care se completează cu microfotografiile din cursuri, tratate sau albume metalografice.

Lucrarea a fost elaborată după cum urmează:

Prof.dr.ing. Horia Colan: cap. 1,2,3,18,19,20,25 şi coordonarea ştiinţifică a lucrării;

Conf.dr.ing. Eugen Bicsak: cap. 6,7,8,9,22,24;

Sef de lucrări ing. Mihaela Firănescu: cap. 4,5,17;

Sef de lucrări dr.ing. Delia Chioreanu: cap. 21,23;

Sef de lucrări ing. Traian Dobra: cap. 12,13,16;

Sef de lucrări ing. Viorel Cândea: cap. 10,11,14,15.

Prof.Horia Colan

C U P R I N S U L

PREFATA Pag.

Cap.1. PRINCIPIILE OPTICE SI ELEMENTELE CONSTRUCTIVE ALE MICROSCOAPELOR METALOGRAFICE

1.1. Studiul structurii metalelor 3

1.2. Necesitatea măririi la studiul structurii microscopice 3

1.3. Elementele optice ale microscoapelor 5

1.3.1. Lentilele 5

1.3.2. Defectele principale ale lentilelor 6

1.3.3. Prismele 7

1.4. Lupa 7

1.5. Microscopul obişnuit 8

1.6. Obiectivele 9

1.7. Ocularele 14

1.8. Alegerea obiectivelor şi ocularelor pentru o anumită mărire a microscopului 16

1.9. Sisteme de iluminare 17

1.9.1. Surse de lumină 17

1.9.2. Diafragma de apertură şi diafragma de cîmp 19

1.9.3. Filtrele de lumină 19

1.9.4. Moduri de iluminare 20

Cap.2. COSTRUCTIA SI FUNCTIONAREA MICROSCOAPELOR METALOGRAFICE

2.1. Microscopul metalografic MIM-6 29

2.1.1. Construcţia şi schema optică a microscopului 29

2.1.2. Lucrări cu microscopul MIM-6 31

2.2. Microscopul metalografic MIM-7 36

2.2.1. Schema optică a aparatului 36

2.2.2. Construcţia microscopului 38

2.2.3. Manevrarea microscopului MIM-7 42

Faţă de aceasta, metalografia cantitativă asistată de calculatoare aduce o contribuţie importantă pentru încrederea în rigurozitatea investigaţiilor. Cu ajutorul unei aparaturi modern de înaltă sensibilitate şi precizie, ea poate nu numai completa suplini alte analize sau încercări laborioase de lungă durată, c un grad înalt de certitudine şi economie de timp.

Alături de încercările mecanice, tehnologice şi de def toscopie, controlul metalografic contribuie - atît în metalurgie cît şi în uzinele constructoare de maşini - la conducerea proces lor tehnologice de la elaborarea aliajelor şi la verificarea cal tăţii aliajelor şi pieselor prelucrate prin deformare plastică l cald sau rece, sudate, tratate termic precum şi la determinarea zelor unor ruperi accidentale.

Pentru inginerii mecanici sau metalurgişti este de imp tanţă primordială cunoaşterea aprofundată a structurii materiale metalice, de care sînt direct legate proprietăţile şi utilizarea timă. Această utilizare optimă se realizează prin alegerea corec şi economică a materialelor în proiectare, prin tehnologie condu ştiinţific, prin practica raţională a tratamentelor termice.

Controlul metalografic s-a dezvoltat mult în ţara noas odată cu creşterea impetuoasă a metalurgiei şi construcţiilor de şini. Cea mai mare parte a uzinelor sînt dotate cu laboratoare m lografice moderne, la fel ca şi institutele centrale şi departam tale de cercetări, la fel ca şi institutele de învăţămînt superi

Lucrarea de faţă se adresează astfel atît viitorilor gineri, studenţi ai facultăţilor de mecanică şi metalurgie cît inginerilor, cadrelor tehnice şi de cercetare din uzine şi labor toare, ca un îndrumător pentru lucrările ce se execută în labora rele metalografice. Lucrarea este utilă şi studenţilor de la fac tăţile de electrotehnică, construcţii, mine, transporturi etc., re de asemenea studiază şi vor folosi materialele metalice, atît proiectare cît şi în exploatare. Ea tratează suficient de larg p cipiile optice, elementele constructive şi utilizarea principale microscoape metalografice care există în laboratoarele noastre. descriu metodele curente de analiză metalografică macroscopică microscopică, de analiză metalografică cantitativă, studiul micr scopic în lumină polarizată, microscopie electronică cu transmis şi cu baleiaj. De asemenea se prezintă determinarea microduritătţ a transformărilor din aliaje prin analiză termică şi analiză dil metrică, determinarea călibilităţii oţelurilor şi aplicaţii ale

Cap.8. DETERMINAREA MICRODURITATII
8.1. Noţiuni introductive 121
8.2. Construcţia microdurimetrelor 124
8.2.1. Microdurimetrul PMT-3 125
8.2.2. Microdurimetrul Hanemann 125
8.2.3. Microdurimetrul Reichert 126
8.3. Determinarea microduritătţii 127

Cap.9. STUDIUL STRUCTURII METALELOR PRIN MICROSCOPIE ELECTRONICA CU TRANSMISIE
9.1. Noţiuni introductive 133
9.2. Pregătirea replicilor 136
9.3. Prepararea foliilor metalice 147
9.4. Construcţia şi deservirea microscopului electronic BS 242 149

Cap.10. STUDIUL METALELOR PRIN MICROSCOPIE ELECTRONICA CU BALEIAJ
10.1. Microscopul electronic cu baleiaj TESLA BS 300 157
10.2. Părţile componente ale microscopului electronic cu baleiaj TESLA BS 300 159
10.2.1. Sistemul electronooptic 159
10.2.2. Sistemul de vidare 160
10.2.3. Sistemul de operare şi afişaj 161
10.3. Punerea în funcţiune a microscopului 162
10.4. Decuplarea microscopului 163
10.5. Montarea probei în coloana microscopului . . . 163
10.6. Studiul probelor cu emisie secundară de electroni 164
10.7. Studiul probelor cu electroni reflectaţi . . . 165
10.8. Studiul probelor cu absorbţie de electroni . . 165
10.9. Fotografierea structurii 166

Cap.11. STUDIUL STRUCTURII ALIAJELOR DIN SISTEMUL FIER-CEMENTITA
11.1. Structura oţelurilor carbon 168
11.2. Structura fontelor albe 171

Cap.12. STUDIUL STRUCTURII FONTELOR DE TURNATORIE
12.1. Consideraţii generale 175

2.3. Microscopul metalografic I.O.R. MC-2 44
2.4. Microscopul metalografic I.O.R. MC-6 46

Cap.3. CONFECTIONAREA PROBELOR METALOGRAFICE
3.1. Luarea probei din materialul de examinat 49
3.2. Slefuirea 52
3.3. Lustruirea 54
3.4. Atacarea probei 55
3.5. Lustruirea electrolitică 61
3.5.1. Aparatul Zeiss-Elypovist 64
3.5.2. Lustruirea şi atacul probelor 65
3.5.3. Exemple de utilizare 66

Cap.4. STUDIUL MACROSCOPIC AL METALELOR
4.1. Studiul macroscopic al lingoului şi al defectelor transmise în semifabricate 69
4.2. Studiul defectelor de turnare, prelucrare prin deformare plastică la cald şi la rece şi de tratamente termice 74
4.3. Studiul macroscopic în secţiuni lustruite şi atacate 77
4.4. Studiul macroscopic al îmbinărilor sudate . . . 81

Cap.5. DETERMINAREA MICROSCOPICA A INCLUZIUNILOR NEMETALICE IN OTELURI 83

Cap.6. DETERMINARI METALOGRAFICE CANTITATIVE
6.1. Notiuni introductive 89
6.2. Măsurarea dimensiunilor liniare 91
6.3. Determinarea mărimii grăunţilor 92
6.4. Determinarea cantităţii constituenţilor structurali 100
6.5. Analiza structurală cantitativă automată 105

Cap.7. STUDIUL MICROSCOPIC IN LUMINA POLARIZATA
7.1. Noţiuni introductive 111
7.2. Dispozitivele microscoapelor pentru studiul în lumină polarizată 112
7.3. Studiul microstructurii 113
7.4. Studiul incluziunilor nemetalice 116

19 ℓ.

PREFATA

Parte experimentală a ştiinţei metalelor, metalografia s-a identificat îndeosebi cu cercetarea microscopică şi cu alte procedee fizice de cercetare a metalelor. Ea s-a dezvoltat, devenind unul din cele mai importante procedee de control pentru producţia curentă, pentru determinarea defectelor de elaborare şi prelucrare şi a cauzelor distrugerii materialelor metalice în serviciu.

Interpretării structurii i se impun însă limite, deoarece anumite elemente sau substanţe nu pot fi identificate pe cale microscopică în structură, fiind dizolvate sau în cantitate prea mică; pe de altă parte, interpretarea este în multe cazuri subiectivă şi numai calitativă.

In general însă, legile care guvernează legăturile dintre metale sînt clar reprezentate de diagramele de echilibru, astăzi trasate pentru toate aliajele binare şi pentru un număr mare de aliaje ternare sau mai complexe. Transformările în stare solidă relevate de metodele analizelor termice şi fizico-chimice figurează în aceste diagrame şi survin în cursul tratamentelor termice. Analiza structurii a devenit din ce în ce mai precisă prin progresele microscopiei cantitative, ale microscopiei electronice şi ale spectroradiografiei cu raze X, care studiază arhitectura atomică a metalului, reţeaua cristalină cu imperfecţiunile ei.

Metalografia, ai cărei precursori au fost Réaumur şi Widstätten şi ai cărei creatori sînt unanim consideraţi Sorby, Osmond şi Le Chatelier, cărora li s-au adăugat Martens, Heyn, Stead, Oberhoffer, Jacquet şi mulţi alţii, a fost acuzată că rezultatele analizelor sînt de multe ori calitative, că ele confirmă doar încercările mecanice mult mai riguroase, că includ uneori o doză destul de mare de subiectivitate. Descoperind de atîtea ori structuri necorespunzătoare, defecte care afectează determinant caracteristicile mecanice, ea a fost acuzată că generalizează ceea ce apare local, microlocal sau chiar accidental.

12.2. Structura şi proprietăţile fontelor cenuşii cu grafit lamelar 177
12.3. Structura şi proprietăţile fontelor maleabile . 181
12.4. Structura şi proprietăţile fontelor cu grafit nodular 184

Cap.13. STUDIUL STRUCTURII ALIAJELOR DEFORMATE PLASTIC
13.1. Consideraţii generale 187
13.2. Studiul caracterului cristalografic al deformării plastice 188
13.3. Modificarea structurii şi proprietăţilor aliajelor prin deformare plastică la rece 191
13.4. Modificarea structurii şi proprietăţilor aliajelor prin deformare plastică la cald 193

Cap.14. DEFECTE LA INCALZIREA PENTRU TRATAMENTE TERMICE SI PRELUCRARE LA CALD
14.1. Supraîncălzirea 197
14.2. Decarburarea 197
14.3. Oxidarea 198
14.4. Crăpături 198
14.5. Arderea 200

Cap.15. STRUCTURI DE TRATAMENTE TERMICE SI TERMOCHIMICE ALE OTELURILOR
15.1. Structuri de tratamente termice la oţelurile carbon 201
15.1.1. Structuri de recoacere 201
15.1.2. Structuri de călire 204
15.1.3. Structuri de revenire 206
15.2. Structuri de tratamente termochimice 208
15.2.1. Carburarea 208

Cap.16. STRUCTURA OTELURILOR ALIATE DE CONSTRUCTIE SI A OTELURILOR ALIATE CU PROPRIETATI SPECIALE
16.1. Formarea structurilor în oţelurile aliate . . . 211
16.2. Oţeluri aliate de construcţie 214
16.3. Oţeluri aliate cu proprietăţi speciale 217

Cap.17. STRUCTURA OTELURILOR ALIATE DE SCULE 219

Cap.23. APLICATII ALE DIFRACTOMETRIEI CU RADIATII X IN STUDIUL METALELOR
23.1. Noţiuni introductive 265
23.2. Calculul densităţii metalelor 267
23.3. Determinarea limitei de solubilitate 267
23.4. Determinarea compoziţiei chimice a unui aliaj monofazic 268
23.5. Identificarea aliajelor heterofazice 269
23.6. Studiul metalelor şi aliajelor deformate plastic 269
23.7. Difractometrul DRON-3 270

Cap.24. DETERMINAREA CALIBILITATII OTELURILOR
24.1. Noţiuni teoretice 273
24.2. Determinarea călibilităţii oţelurilor prin metoda răcirii frontale (metoda Jominy) . . . 275

Cap.25. NOTIUNI DE PROTECTIA MUNCII IN LABORATOARELE DE METALOGRAFIE
25.1. Studiul microscopic 281
25.2. Studiul spectroscopic şi al structurii reticulare 283
25.3. Confecţionarea probelor metalografice 283
25.4. Atacul probelor metalografice 284

STANDARDE REFERITOARE LA METALOGRAFIE 285
BIBLIOGRAFIE 287

Cap.18. STRUCTURA ALIAJELOR DE CUPRU
18.1. Cuprul 225
18.2. Aliajele cupru-zinc 226
18.2.1. Alame deformabile 227
18.2.2. Alame de turnătorie 228
18.2.3. Alame speciale 229
18.3. Aliajele cupru-staniu 230
18.4. Aliajele cupru-aluminiu 232
18.5. Aliajele cupru-plumb-staniu 234

Cap.19. STRUCTURA ALIAJELOR DE ALUMINIU. STRUCTURA ALIAJELOR DE STANIU SI DE PLUMB
19.1. Aluminiul 235
19.2. Aliaje aluminiu-cupru şi complexe 236
19.3. Aliaje aluminiu-siliciu şi complexe 237
19.4. Structura aliajelor antifricţiune cu baza staniu şi plumb 239

Cap.20. STRUCTURA ALIAJELOR SINTERIZATE DIN PULBERI METALICE
20.1. Materiale antifricţiune poroase 242
20.2. Materiale de rezistenţă 244
20.3. Pseudoaliaje pentru contacte electrice 244
20.4. Aliaje dure din carburi 245

Cap.21. DETERMINAREA PUNCTELOR CRITICE SI A TRANSFORMARILOR DIN ALIAJE PRIN ANALIZA TERMICA 247

Cap.22. DETERMINAREA COEFICIENTULUI DE DILATARE SI A PUNCTELOR CRITICE PRIN ANALIZA DILATOMETRICA
22.1. Noţiuni introductive 253
22.2. Construcţia dilatometrelor 256
22.3. Determinarea coeficientului de dilatare termică 259
22.4. Determinarea temperaturii punctelor critice de transformare 260
22.5. Determinarea diagramelor de echilibru şi a diagramelor transformare-temperatură-timp pentru răcire continuă 261

1

PRINCIPIILE OPTICE SI ELEMENTELE CONSTRUCTIVE ALE MICROSCOAPELOR METALOGRAFICE

1.1. STUDIUL STRUCTURII METALELOR

Metalele şi aliajele lor au o structură interioară, adică sînt compuse din părticele de diferite forme şi mărimi şi dispuse într-un anumit mod; structura lor este cristalină.

După ordinul de mărime al acestor părticele se disting:

- Structura reticulară, adică dispoziţia ordonată, riguros geometrică a atomilor în reţeaua cristalină. Se studiază cu ajutorul difracţiei razelor X, determinîndu-se parametrii şi unghiurile reţelei.

- Structura microscopică (microstructura), care este dispoziţia grăunţilor cristalini (cristalitelor), părticele cu contururi neregulate rezultînd din însuşi procesul de cristalizare.

Studiul microstructurii se referă la limitele acestora într-o secţiune şlefuită şi atacată cu un reactiv a unei probe metalografice, apreciindu-se mărimea, forma şi dispersia grăunţilor, precum şi natura lor cînd sînt diferiţi calitativ (la aliaje). Din cauza insuficientei puteri rezolutive (separatoare) a ochiului, microstructura se cercetează numai cu ajutorul microscopului metalografic.

- Structura macroscopică (macrostructura), corespunde părticelelor sau domeniilor structurale care pot fi studiate cu ochiul liber sau cu lupa. Are două aspecte: studiul secţiunilor şlefuite şi atacate cu un reactiv ale unor piese (zone de cristalizare, segregaţii zonale, defecte etc.) şi studiul unei suprafeţe de rupere (casura).

1.2. NECESITATEA MARIRII LA STUDIUL STRUCTURII MICROSCOPICE

Din mecanismul formării imaginii pe retină rezultă senzaţia vederii. Ochiul se poate compara cu o cameră fotografică,

imaginea obiectului proiectîndu-se pe celulele sensibile de pe retină (conuri şi bastonaşe) care reprezintă terminaţiile nervilor optici.

Conurile dau distinct senzaţia vederii a două puncte, dacă imaginea lor cade cel puţin pe două conuri vecine care nu se ating. Astfel, două puncte din structura de studiat pot fi separat (distinct) văzute dacă mărimea imaginii distanţei lor, dată de cristalin pe retină este de cel puţin 4,5 micrometri. Pentru ochiul normal (emetrop), cu distanţa de la cristalin la retină de 15 mm şi distanţa minimă a vederii clare cca 150 mm, distanţa minimă între puncte este (fig.1.1):

$$x = \frac{150}{15} \cdot 0{,}0045 = 0{,}045 \text{ mm.}$$

Sau dacă se consideră distanţa optimă a vederii clare (250 mm):

$$x = \frac{250}{15} \cdot 0{,}0045 = 0{,}075 \text{ mm.}$$

Distanţa minimă x ($\frac{5}{100} - \frac{7}{100}$ mm) reprezintă puterea separatoare (rezolutivă) a ochiului. Dacă distanţele sînt mai mici, forma şi detaliile obiectului nu mai pot fi distinse, datorită faptului că imaginea se formează pe un singur element al retinei.

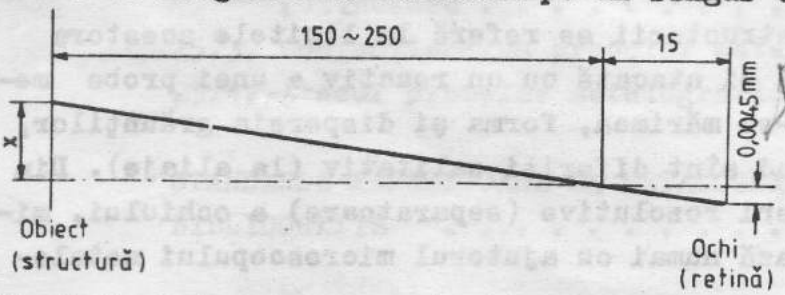


Fig.1.1. Determinarea puterii separatoare a ochiului

Unghiul vizual, corespunzător lui x este egal cu aproape un minut, reducîndu-se la 10-20" în cazul liniilor paralele, cînd sînt impresionate şiruri de celule de pe retină.

Din cauza acestor limitări, pentru studiul structurii metalelor este nevoie de instrumente optice ajutătoare, care măresc puterea separatoare a ochiului. Acestea sînt lupa şi microscopul, primul fiind un instrument optic simplu, al doilea compus. Elementele optice principale ale lor sînt lentilele.

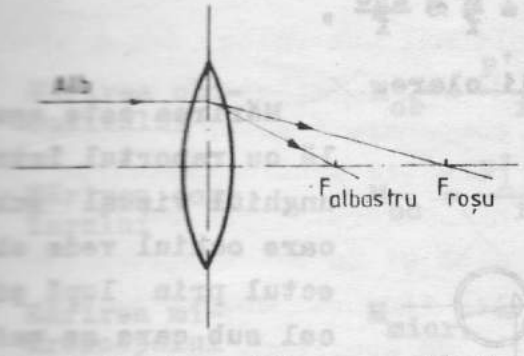


Fig.1.5. Aberaţia cromatică

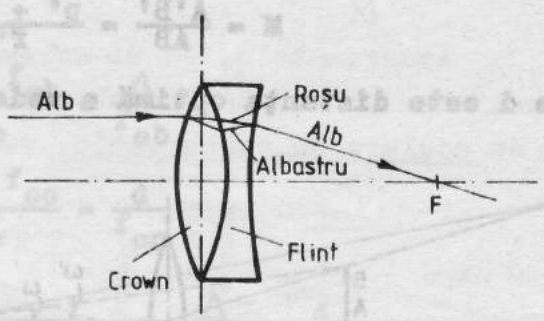


Fig.1.6. Grup acromatizat

deosebite de sticlă, în aşa fel ca dispersia să fie suprimată parţial, pentru anumite culori. In figura 1.6 este arătat un grup acromatizat lipit, compus dintr-o lentilă convergentă şi una divergentă (crown şi flint), ceea ce anulează dispersia, compunîndu-se din nou lumina albă.

Astigmatismul şi distorsiunea sînt defecte mai complicate, în legătură cu perfecţia şlefuirii şi cu construcţia lentilelor. Apar în cazul razelor înguste de lumină oblic incidente pe suprafaţa lentilelor. Inlăturarea lor se realizează prin fabricare îngrijită şi sisteme complicate de lentile din mai multe elemente.

1.3.3. Prismele

Sînt elemente optice utilizate pentru a schimba direcţia razelor în sistemul optic al microscopului.

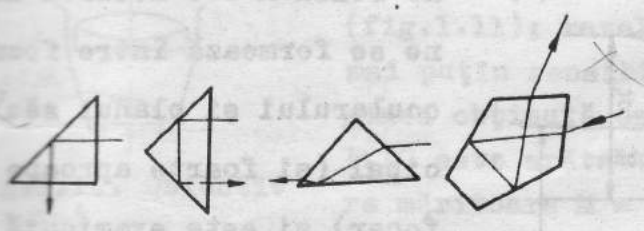


Fig.1.7. Traiectoriile razelor în prismele de reflexie totală

In fig.1.7 sînt reprezentate exemple de modificarea traiectoriilor razelor prin reflexie totală, în cazul prismelor triedre şi a pentaprismelor care se întîlnesc în microscoapele metalografice.

1.4. LUPA

Lupa este instrumentul optic cel mai simplu, utilizat pentru studiul microstructurii metalelor.

Ochiul este aşezat în planul focarului imagine, iar obiectul în apropierea focarului obiect (fig.1.8).

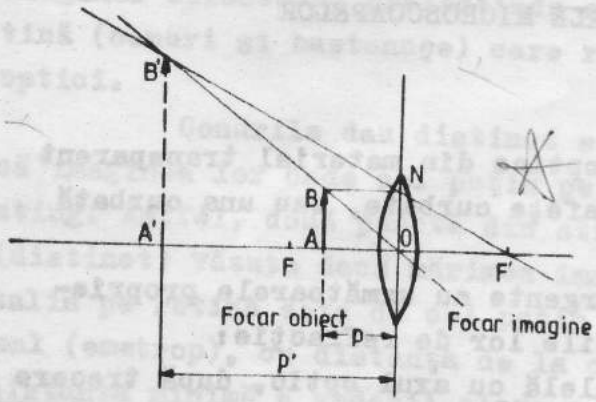


Fig.1.3. Formarea imaginii virtuale în lentilele ocular

$$M = \frac{A'B'}{AB} = \frac{p' + f}{f}$$

Este cazul lentilelor folosite ca ocular.

1.3.2. Defectele principale ale lentilelor

Aberaţia de sfericitate. Lentilele au o distanţă focală pentru razele centrale, apropiate de axul optic şi paralele cu el şi alta pentru razele marginale (fig.1.4). Acest fapt este cauzat de către unghiurile diferite de deviaţie ale elementelor corespunzătoare din lentilă, considerate ca prisme.

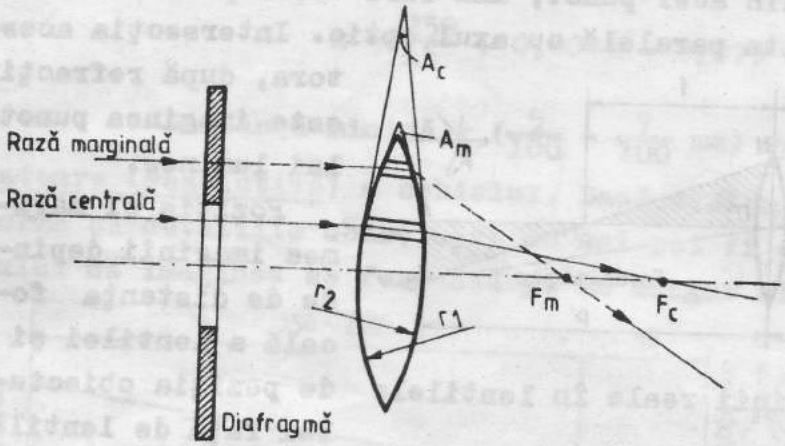


Fig.1.4. Aberaţia de sfericitate

Remedierea aberaţiei de sfericitate are loc prin alegerea potrivită a razelor de curbură ale suprafeţelor şi prin diafragmarea razelor (excluderea razelor marginale).

Aberaţia cromatică. Lentilele au distanţe focale diferite pentru razele de lumină de diferite lungimi de undă. Razele roşii, cu lungime mare de undă vor fi deviate mai puţin, iar cele albastre, cu lungime mică de undă, vor fi deviate mai puternic (fig.1.5). Cauza este dispersia luminii albe la trecerea prin lentile (considerate prisme) deoarece, indicele de refracţie

$$n = f(\lambda),$$

iar unghiul de deviaţie

$$D = (n - 1) A = f(\lambda).$$

Remedierea are loc prin compunerea lentilelor din două sau mai multe elemente (grupuri acromatizate) ţlefuite din feluri

1.3. ELEMENTELE OPTICE ALE MICROSCOAPELOR

1.3.1. Lentilele

Lentilele sînt corpuri optice din material transparent (sticlă), limitate prin două suprafeţe curbate, sau una curbată şi alta plană.

Lentilele subţiri convergente au următoarele proprietăţi generale care constituie legile lor de refracţie:

- O rază de lumină paralelă cu axul optic, după trecere prin lentilă îşi continuă drumul prin focar (şi invers).
- O rază de lumină care trece prin centrul optic îşi continuă drumul fără a fi deviată.

Imaginea dată de o lentilă subţire convergentă

Luăm un punct de la obiectul luminat şi considerăm două raze de lumină pornite din acel punct, una care trece prin centrul optic al lentilei şi alta paralelă cu axul optic. Intersecţia acestora, după refracţie, este imaginea punctului luminos.

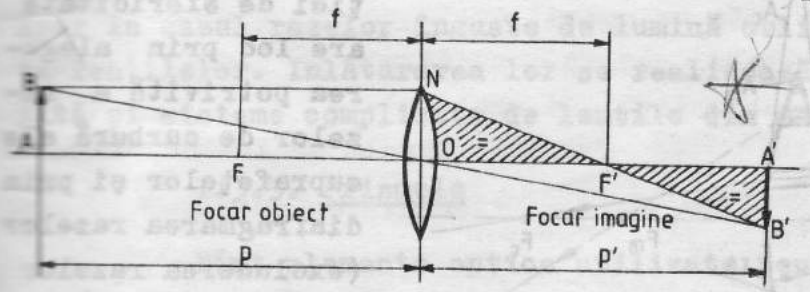


Fig.1.2. Formarea imaginii reale în lentilele de proiecţie

Poziţia şi mărimea imaginii depinde de distanţa focală a lentilei şi de poziţia obiectului faţă de lentilă, respectiv focarul ei.

In cazul cînd obiectul este dincolo de focar (fig.1.2), se obţine o imagine reală, răsturnată. Intre distanţele principale (p - distanţa la obiect, p' - distanţa la imagine, f - distanţa focală) există relaţia:

$$\frac{1}{p} + \frac{1}{p'} = \frac{1}{f}$$

iar mărimea este dată de

$$M = \frac{A'B'}{AB} = \frac{A'B'}{NO} = \frac{F'A'}{F'O} = \frac{p' - f}{f}.$$

Este cazul lentilelor de proiecţie.

Dacă obiectul se găseşte între lentilă şi focar se obţine o imagine virtuală, dreaptă, mărită (fig.1.3):

$$M = \frac{A'B'}{AB} = \frac{p' + f}{f} = \frac{d}{f} \approx \frac{250}{f},$$

unde d este distanţa optimă a vederii clare.

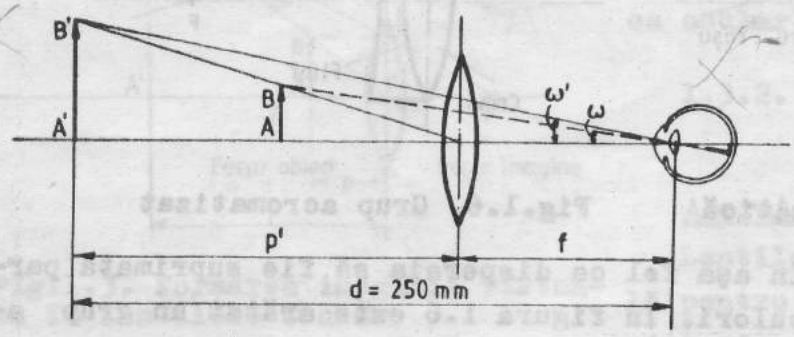


Fig.1.8. Formarea imaginii în lupă

Mărirea este egală cu raportul între unghiul vizual sub care ochiul vede obiectul prin lupă şi cel sub care se vede acelaşi obiect cu ochiul liber. Ea este între 2,5:1 şi 25:1, la lupele obişnuite cea mai frecventă fiind 8:1 ... 10:1.

1.5. MICROSCOPUL OBISNUIT

Microscopul este un aparat optic compus din două sisteme principale de lentile, care pot fi considerate ca lentile convergente subţiri simple: obiectivul şi ocularul.

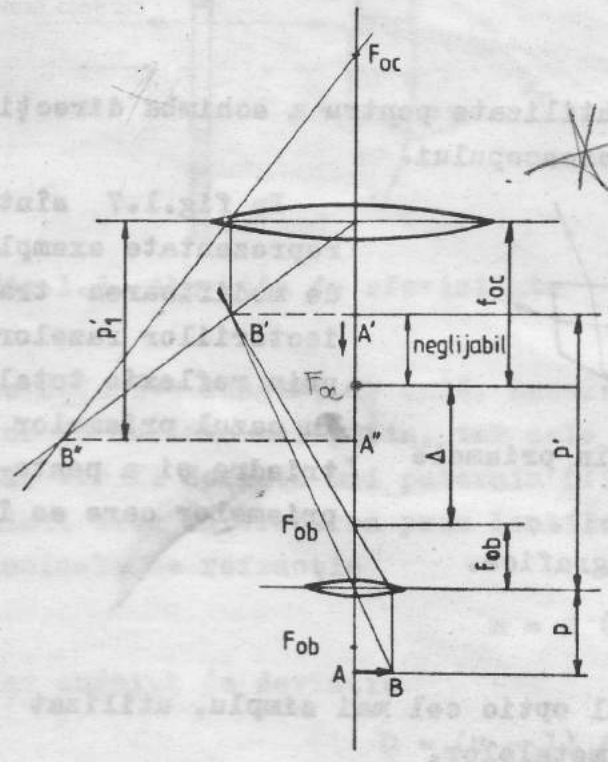


Fig.1.9. Formarea imaginii în microscopul obişnuit

Razele de lumină, fiind reflectate de obiectul AB, trec prin obiectiv şi dau o imagine reală A'B'. Această imagine se formează între focarul ocularului şi planul său principal (şi foarte aproape de focar) şi este examinată ca obiect prin ocular, obţinîndu-se imaginea virtuală răsturnată şi mult mărită A"B", la distanţa vederii clare (250 mm) de la ochi (fig.1.9). Din formarea imaginilor în figură, rezultă:

$$p' \cong \Delta + f_{ob}$$

Mărirea obiectivului $$M_{ob} = \frac{p' - f_{ob}}{f_{ob}} = \frac{\Delta}{f_{ob}}$$

Mărirea ocularului $$M_{oc} = \frac{p_1' + f_{oc}}{f_{oc}} = \frac{d}{f_{oc}}$$

Mărirea microscopului $$M_{micr.} = M_{ob} \cdot M_{oc} = \frac{\Delta}{f_{ob}} \cdot \frac{d}{f_{oc}}$$

Δ este <u>intervalul optic</u> al instrumentului, distanţa dintre focarul imagine al obiectivului şi focarul obiect al ocularului. În cazul microscopului, corespunde cu lungimea efectivă a tubului metalic.

1.6. OBIECTIVELE

Din cauza defectelor lentilelor, chiar şi cele mai simple obiective sînt alcătuite din cel puţin două grupuri acromatizate (total 4 lentile). Se utilizează următoarele tipuri de obiective:

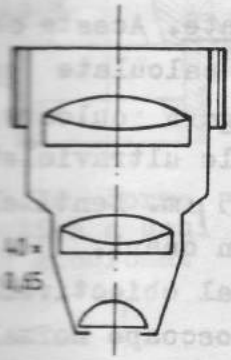


Fig.1.10. Obiectiv acromat

<u>Acromate</u>. Sînt obiective corectate pentru două culori din partea mijlocie, mai luminoasă a spectrului (roşu şi verde sau galben şi verde). Astfel, razele verzi, galbene, portocalii şi roşii sînt concentrate într-un punct (fig.1.11); razele albastre şi violete sînt mai puţin sensibile pentru ochi, astfel imaginea obţinută este satisfăcătoare. In figura 1.10 este arătat un acromat mijlociu, cu putere măritoare M = 40:1.

<u>Apocromate</u>. Sînt cele mai valoroase obiective, calculate şi construite de Abbe în 1886, utilizînd fluorina (fluorură de calciu naturală, CaF_2), care are o dispersie foarte mică, indice de refracţie redus şi transparenţă superioară.

Apocromatele înlătură în întregime aberaţia cromatică, fiind corectate pentru trei culori (roşu, verde şi albastru); astfel razele colorate sînt concentrate într-un singur punct (fig.1.11).

Aberaţia sferică (fig.1.12) este corectată doar parţial atît la acromate cît şi chiar la apocromate, influenţînd şi efectul aberaţiei cromatice.

Apocromatele, ca şi acromatele mai puternice, dau o mărire mai mare pentru lumina albastră, de aceea trebuie folosite numai cu <u>oculare de compensaţie</u>, care compensează această hipercorecţie pentru albastru. Se întrebuinţează cu lumină albă şi în cazul structurilor fine sau colorate.

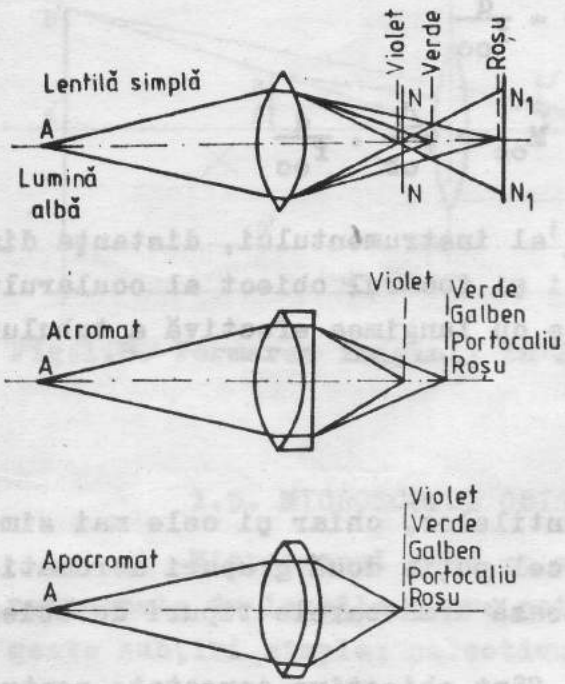


Fig.1.11. Corectarea aberaţiei cromatice în obiective

Un apocromat mai puternic este construit din 20 lentile (fig.1.13). In fig.1.14 este arătată forma constructivă a acestor obiective.

<u>Semiapocromate</u> (obiective fluorite). Se aseamănă cu obiectivele acromate, fiind însă cu ceva mai bine corectate. Conţin una sau mai multe lentile de fluorină. Se întrebuinţează foarte rar.

<u>Monocromate</u>. Aceste obiective sînt calculate pentru o singură culoare, pentru razele ultraviolete cu $\lambda = 0,275\ \mu m$. Lentilele lor sînt din cuarţ.

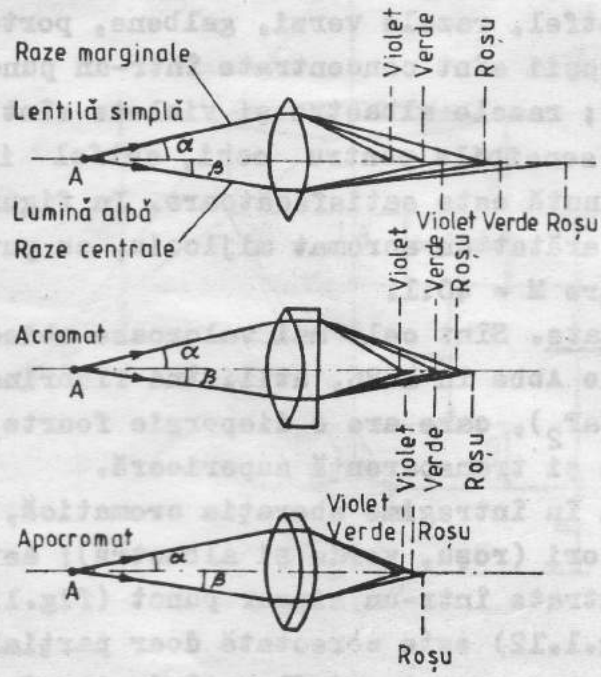


Fig.1.12. Corectarea aberaţiei de sfericitate în obiective

In general obiectivele pentru microscoape normale sînt calculate aşa ca lungimea tubului microscopului să fie 160 mm. Pentru microscoape metalografice s-au construit şi obiective (acromate şi apocromate), pentru lungimea tubului egală cu ∞ (infinit). In acest caz însă, microscoapele sînt prevăzute cu lentilă de corecţie convergentă plasată imediat după obiectiv, a cărei distanţă

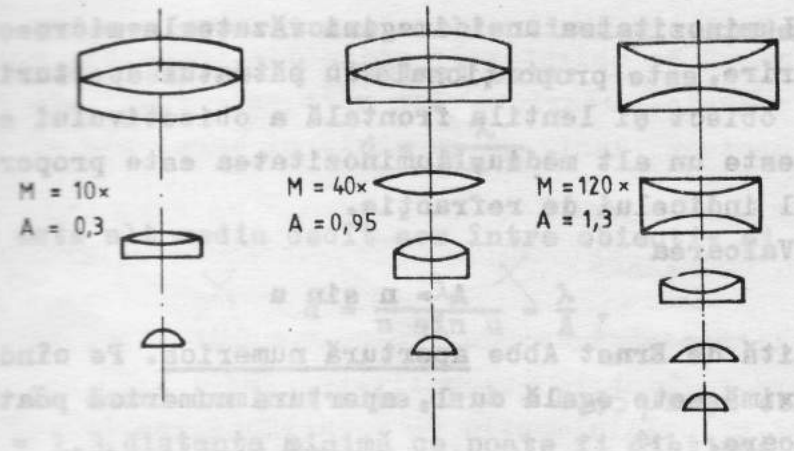


Fig.1.13. Obiective apocromate

focală determină lungimea efectivă a tubului. In general, pentru acest scop se folosesc lentile de corecţie cu f = = 250 mm sau f = 190 mm şi deci mărirea obiectivului va fi:

$$M_{ob} = \frac{\Delta}{f_{ob}} = \frac{250}{f_{ob}} \quad \text{sau} \quad M_{ob} = \frac{190}{f_{ob}}$$

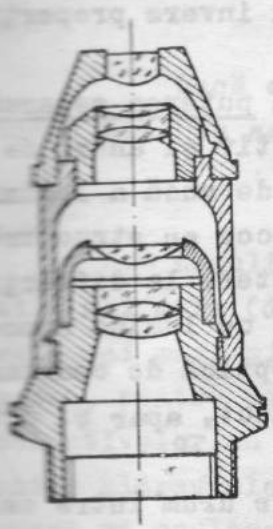


Fig.1.14. Forma constructivă a unui obiectiv apocromat

Apertura şi apertura numerică sînt caracteristici importante ale obiectivelor, în afară de puterea măritoare, distanţa focală şi proprietăţile cromatice. Luminozitatea şi puterea separatoare (rezolutivă) a microscopului, depind în primul rînd de apertura numerică a obiectivului.

Apertura obiectivului este sinusul unghiului format de axul optic al obiectivului şi raza de lumină externă care intră efectiv în obiectiv, pornind de la obiectivul aflat la distanţa necesară pentru a obţine o imagine clară (fig.1.15).

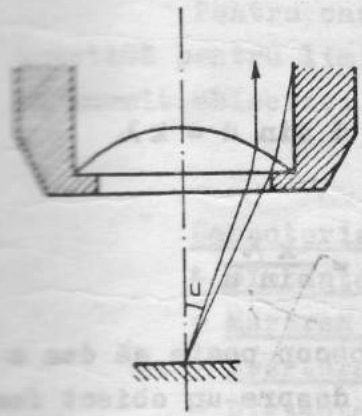


Fig.1.15. Unghiul de deschidere al unui obiectiv

Luminozitatea unei imagini văzute la microscop, pentru aceeaşi mărire, este proporţională cu pătratul aperturii, atunci cînd între obiect şi lentila frontală a obiectivului se găseşte aer. Dacă este un alt mediu, luminozitatea este proporţională şi cu pătratul indicelui de refracţie.

Valoarea

$$A = n \sin u$$

a fost numită de Ernst Abbe apertură numerică. Pe cînd apertura (sin u) maximă este egală cu 1, apertura numerică poate depăşi această valoare.

In concluzie, luminozitatea microscopului este direct proporţională cu pătratul aperturii numerice şi invers proporţională cu pătratul puterii măritoare.

Tot Abbe a determinat relaţia care dă puterea separatoare a microscopului, care şi ea depinde de obiectiv şi anume de apertura numerică a obiectivului şi de lungimea de undă a luminii folosite. Deoarece obiectele studiate la microscop au structură fină, ele funcţionează ca reţele optice, dînd naştere la difracţia luminii. Deci în cazul unui obiect transluminat cu lumină monocromatică şi care poate fi considerat ca o reţea optică de constantă d, pe lîngă raza principală care trece prin obiect, apar şi franje de difracţie (fig.1.16).

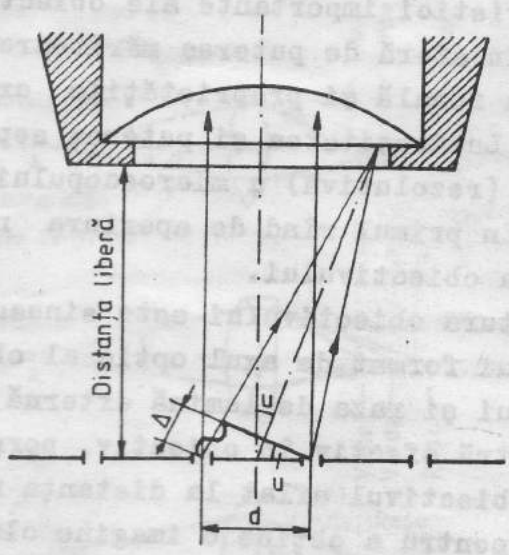


Fig.1.16. Determinarea puterii separatoare a microscopului

Diferenţa de drum între cele două raze difractate reprezentate în figură şi care interferează dînd maxime de luminozitate este $2k\frac{\lambda}{2}$:

$$\Delta = d \sin u = k\lambda$$

de unde

$$d = \frac{k\lambda}{\sin u}.$$

Un microscop poate să dea o imagine clară despre un obiect foarte fin (deci distinge două puncte sau linii apropiate) dacă în afară de raza directă, cel puţin prima franjă de difracţie pornită de la obiect, ajunge la microscop (deci k = 1). Dacă obiectul este luminat

vertical, puterea separatoare a obiectivului, exprimată ca cea mai mică distanţă observabilă distinct este:

$$d = \frac{\lambda}{\sin u},$$

sau dacă este alt mediu decît aer între obiectiv şi obiect,

$$d = \frac{\lambda}{n \sin u} = \frac{\lambda}{A}.$$

In cazul luminii albe cu $\lambda = 0,55\ \mu m$ şi obiectiv cu imersie cu $A = 1,3$, distanţa minimă ce poate fi distinsă este

$$d = \frac{0,55}{1,3} = 0,42\ \mu m.$$

Dacă obiectivul este iluminat oblic, şi anume sub un unghi egal cu semiunghiul deschiderii obiectivului,

$$d = \frac{\lambda}{2\ A}.$$

Rezultă că puterea separatoare a microscopului este cu atît mai mare (d mai mic), cu cît apertura numerică a obiectivului este mai mare şi lungimea de undă a luminii utilizate mai mică. De aceea, pentru distingerea structurilor fine se recomandă folosirea obiectivelor cu apertură numerică mare şi lumină cît mai albastră, chiar ultravioletă, cu lentile de cuarţ. Astfel, cu monocromate de cuarţ şi oculare de cuarţ, sînt construite microscoape pentru lumină ultravioletă, cu care pot fi apreciate distanţe pînă la 0,0001mm (0,1 μm).

Pentru cazul obişnuit, lumina normală, Abbe a dat formula practică pentru limita măririi utile a microscopului realizate cu un anumit obiectiv:

$$M_{u\ max} = (500 \ldots 1000)A.$$

<u>Caracteristicile obiectivelor obişnuite</u>:

- <u>Distanţa focală</u> 15 ... 2 mm
- <u>Mărirea proprie</u> 5:1 ... 90:1
- <u>Apertura numerică</u> 0,3 ... 1,3 (1,6)
- <u>Distanţa liberă</u> 30 ... 0,1 mm.

De obicei pe obiective este marcată mărirea şi apertura numerică (sau distanţa focală şi apertura numerică).

In afară de obiectivele obişnuite (uscate), există şi obiective cu imersie. Apertura lor mare este realizată prin mediul aşezat în meniscul lentilei frontale şi care este uleiul de cedru (n = 1,515).

1.7. OCULARELE

Ocularele sînt compuse în general din două lentile simple sau grupuri de lentile acromatizate.

După principiul optic de construcţie se deosebesc două tipuri.

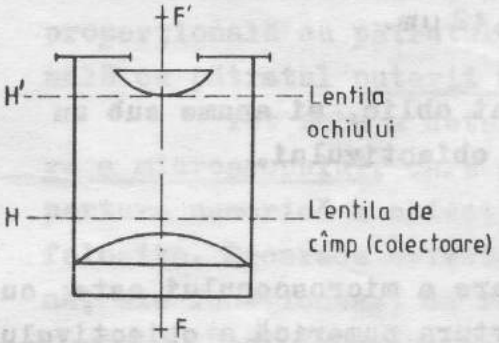


Fig.1.17. Ocular pozitiv (Ramsden)

Ocularele pozitive (Ramsden) constau din două lentile, în general plan convexe, cu suprafeţele curbe întoarse una spre alta (fig. 1.17). Intregul sistem poate fi considerat ca o lupă, avînd focarul obiect situat înaintea lentilei de cîmp (lentilei colectoare).

Imaginea reală dată de obiectiv trebuie să fie proiectată între focarul obiect al sistemului F şi planul principal obiect H al sistemului. Deci se poate afla înaintea lentilei de cîmp, ca la lupe, putîndu-se obţine o imagine virtuală mărită.

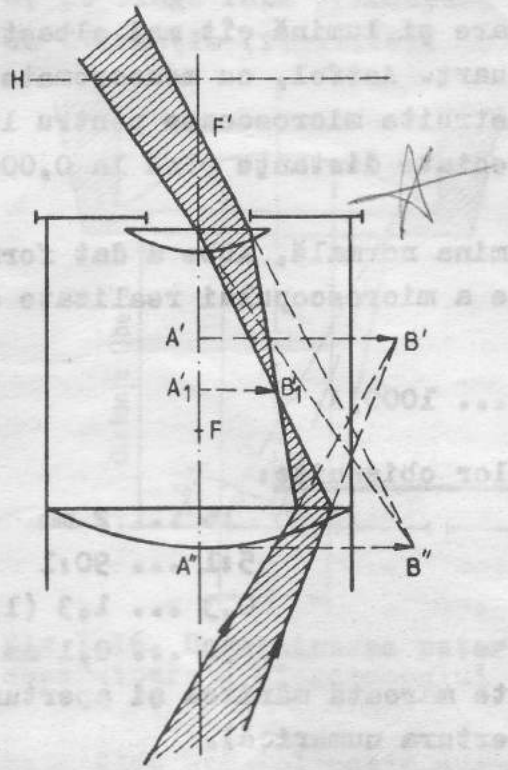


Fig.1.18. Formarea imaginii într-un ocular negativ (Huygens)

Ocularele negative (Huygens) diferă de ocularele pozitive numai prin aşezarea inversă a lentilei de cîmp şi în alegerea convergenţelor lentilelor (fig.1.18). In acest caz însă, focarul obiect al sistemului se găseşte între cele două lentile, iar planul principal obiect H poate fi aşezat după lentila ochiului. Imaginea reală dată de obiectiv A'B' respectiv $A'_1B'_1$, trebuie să se formeze în intervalul între focarul obiect şi planul principal obiect al sistemului, deci în

interiorul ocularului, pentru a se obţine imaginea virtuală mărită A"B". De aceea ocularele Huygens nu pot fi folosite ca lupe, rezultînd şi clasificarea optică a lor ca oculare negative.

Avantajele acestor oculare sînt:

- cîmp mare de vedere, căci pot intra în sistem şi raze care s-ar pierde în afară de tubul ocularului (efectul convergent al lentilei colectoare);

- corecţie bună pentru aberaţia cromatică şi de sfericitate, explicată prin inversarea razelor în interiorul sistemului (razele marginale devin centrale şi invers).

Practic se întîlnesc următoarele tipuri de oculare:

Oculare simple (Ramsden şi Huygens), avînd construcţia de mai sus (fig.1.19). Se intrebuinţează cu obiective acromate mai slabe şi mijlocii. La acromate puternice, cu $M_{ob} > 60:1$, se recomandă folosirea ocularelor de compensaţie.

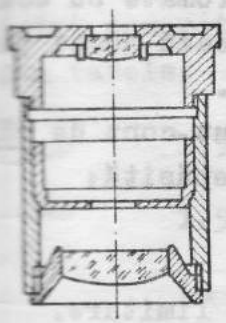


Fig.1.19. Forma constructivă a unui ocular simplu (Huygens)

Mărirea ocularelor simple este de la 6:1 la 15:1.

Ocularele de compensaţie. Sînt oculare negative, care printr-o hipocorecţie cromatică compensează hipercorecţia pentru albastru a obiectivelor apocromate, dînd un sistem optic complet corectat. Deci apocromatele şi acromatele puternice se combină numai cu ocularele de compensaţie. Mărirea lor proprie variază între 3:1 şi 20:1.

Ocularele ortoscopice. Sînt oculare pozitive cu o foarte bună corecţie. Mărirea lor ajunge la 28:1.

Oculare de cuarţ. Acestea sînt oculare negative construite din cuarţ şi se folosesc numai cu obiective monocromate de cuarţ, pentru raze ultraviolete cu $\lambda = 0,275\ \mu m$.

Oculare pentru fotografiere. Servesc la fotografierea imaginilor microscopice (microfotografiere), înlocuind ocularele pentru studiul vizual. Sînt astfel construite ca să dea o imagine reală şi cît mai plană. Nu se întrebuinţează la studiul vizual.

Ocularele homale (Zeiss) sînt oculare foto speciale, cu corecţie cromatică şi de sfericitate perfectă, dînd imagini reale mari şi perfect plane. Ele pot fi combinate numai cu anumite obiective apocromate pentru care au fost calculate. Nu pot fi folosite pentru studiul vizual.

Ocularele de diferite construcţii sînt prevăzute în general cu inscripţia prescurtată a tipului şi a puterii măritoare liniare, de exemplu 15 x (Huygens, fără altă inscripţie), comp 10 x, foto 6 x etc.

1.8. ALEGEREA OBIECTIVELOR SI OCULARELOR PENTRU O ANUMITA MARIRE A MICROSCOPULUI

Dacă lumina folosită este aproape monocromatică (lumină colorată) şi dacă este nevoie de mărire şi nu de putere separatoare mare, se pot folosi obiective acromate cu oculare simple Huygens.

Dacă este nevoie de o putere separatoare mare şi o imagine clară, fără contururi colorate, se folosesc apocromate cu oculare de compensaţie. Obiectivele cu imersie se utilizează numai pentru a realiza o putere separatoare deosebit de mare.

La alegerea măririi de lucru, trebuie ţinut cont de <u>mărirea utilă maximă a microscopului</u> care nu poate fi depăşită:

$$Mu_{max} = 1000 \cdot A_{ob}.$$

In tabelul 1.1 un exemplu explică această limitare.

Tabelul 1.1

Influenţa aperturii numerice a obiectivului asupra măririi utile maxime a microscopului

Obiectiv		Ocular	Mărirea totală	Caracteristicile structurii observate
Mărirea	Apertura numerică	Mărirea		
60 : 1	0,8	10 : 1	600 : 1	Clară
60 : 1	0,8	20 : 1	1200 : 1	Mărire dublă, neclară, fără detalii fine
60 : 1	1,2	20 : 1	1200 : 1	Mărire dublă, clară, cu detalii fine

La alegerea obiectivelor şi ocularelor pot surveni trei cazuri:

a) Se cunosc măririle proprii, fiind scrise pe obiective şi oculare. De exemplu:

$$M_{ob} = 21 : 1, \qquad M_{oc} = 15 : 1$$

$$M = M_{ob} \cdot M_{oc} = 21 \times 15 = 315 : 1$$

b) Se cunosc distanţele focale şi lungimea tubului.
De exemplu, pentru $\Delta = 250$ mm şi

$$f_{ob} = 4{,}2 \text{ mm} \qquad f_{oc} = 16{,}6 \text{ mm:}$$

$$M_{ob} = \frac{\Delta}{f_{ob}} = \frac{250}{4{,}2} = 60 : 1$$

$$M_{oc} = \frac{d}{f_{oc}} = \frac{250}{16{,}6} = 15 : 1$$

$$M = 60 \times 15 = 900 : 1$$

c) Dacă obiectivele şi ocularele poartă ca inscripţie doar cifre (sînt numerotate), alegerea lor şi mărirea microscopului rezultă din tabele.

1.9. SISTEME DE ILUMINARE

1.9.1. Surse de lumină

La microscoapele metalografice ca surse de lumină se utilizează becuri cu tensiune joasă, lămpi cu arc şi lămpi cu vapori de mercur (tabelul 1.2).

Lămpile cu incandescenţă de tensiune joasă (6-12 V) se utilizează în special la microscoape verticale, atît pentru studiu vizual cît şi pentru fotografiere. Au un filament în spirală, aşezat perpendicular pe axul optic al iluminatorului.

Lămpile cu arc constituie surse puternice pentru fotografiere. Ele sînt alimentate cu curent alternativ sau continuu, fiind branşate la reţea (tensiune 40-50 V, 5 A la curent continuu, 10 A la curent alternativ). Electrozii de cărbune sînt plasaţi în unghi drept, şi pe măsură ce se ard, distanţa dintre ei se menţine constantă prin apropierea lor cu un mecanism de ceasornic.

Microscoapele orizontale care utilizează lampă cu arc, sînt prevăzute şi cu un bec de incandescenţă de 25 sau 40 W pentru studiul vizual.

Există şi lămpi cu arc cu electrozi de zirconiu (18 V şi 3 A pe anod).

Lămpile cu sursă punctiformă au sursa de lumină formată de un mic arc ce se formează între doi electrozi de wolfram în

Tabelul 1.2

Surse de lumină pentru microscoape metalografice

Modul iluminării	Felul lămpilor	Caracteristici electrice			Lungimea de undă cea mai bogată în energie m	Spectru
		V	A	W		
Radiaţie termică pură a corpurilor solide	Lămpi cu incandescenţă de tensiune joasă	6	-	2,1	1,15	Continuu
		6	-	5	1,07	
		6	-	15	1,01	
		6	-	30	0,96	
		12	-	100	0,88	
Radiaţia concomitentă a unui corp solid sau lichid şi a unui gaz	Lămpi cu arc de cărbune	40 la 60	6=	-	0,69	Anod: continuu Arc: în benzi
			10~	-	0,72	
	Lămpi cu sursă punctiformă (arc de W)	peste 100	2~	-	0,89	Electrozi continuu Arc: în linii
	Lămpi cu arc de zirconiu	18~ pe anod	3 pe anod	100	1,00	Catod: continuu Arc: în linii
Radiaţie pură a unui gaz	Lămpi cu vapori de mercur la presiune înaltă	220~	1,7-1,2	50	0,546	Spectru în linie cu fond de bază continuu
		peste 36	6,3-4,2	100		
		220≅	3,7-2,7= 4,0 2,9~	200		

formă de bile (curent alternativ) sau bilă şi plăcuţă (curent continuu). Tensiunea peste 100 V, intensitatea 2 A. In interior se află un gaz inert (neon).

Avantajul acestor lămpi constă în dimensiunile reduse ale arcului şi bilelor incandescente, deci în sursă punctiformă care dă un fascicol subţire şi deci o iluminare corectă.

La lămpile cu vapori de mercur sub înaltă presiune lumina este radiată de vaporii incandescenţi de mercur, care formează un spectru luminos corespunzător la verde, galben şi albastru-violet

din partea vizibilă a spectrului. Se utilizează atît pentru studiul vizual cît şi pentru microfotografiere. Tensiunea utilizată este 220 V curent alternativ sau continuu, intensitatea 2 ... 4 A.

Lămpile cu vapori de mercur au o intensitate luminoasă de 4-6 ori mai mare decît cele cu arc de cărbuni şi au o funcţionare stabilă. Permit deci timpuri scurte de expunere şi sînt foarte utile pentru iluminarea în lumină polarizată şi la microproiecţii.

1.9.2. Difragma de apertură şi diafragma de cîmp

Intre sursa de lumină şi iluminatorul microscopului sînt plasate o serie de diafragme care au rolul de a obţine o claritate cît mai bună a imaginii la diferite măriri.

Diafragma de apertură - cea mai importantă - limitează unghiul de deschidere al conului fascicolului luminos ce pătrunde în obiectiv. Aceasta face să se modifice de fapt unghiul de deschidere al obiectivului 2u şi deci apertura numerică A = n sin u.

Cînd diafragma este deschisă prea mult, razele de lumină ocupă întreaga lentilă frontală a obiectivului. Se obţin imagini neclare difuze, din cauza razelor marginale.

Dacă diafragma este prea închisă, datorită micşorării aperturii, scade puterea separatoare a obiectivului şi luminozitatea.

Diafragma de cîmp permite să se regleze mărimea cîmpului de iluminare a probei. Imaginea ei apare în cîmpul luminat al suprafeţei examinate. Deschizînd această diafragmă uşor peste cîmpul ocularului se evită pierderile de lumină prin difuziune şi se obţine maximul de contrast.

1.9.3. Filtrele de lumină

Se utilizează datorită faptului că aberaţia cromatică nu este înlăturată total la obiective acromate, formîndu-se imagini cu contur colorat datorită zonei albastre, necorectate a spectrului. Pentru remediere se folosesc filtre galbene, verzi.

Pentru accentuarea contrastului la microfotografiere sau îmbunătăţirea reproducerii nuanţelor de culori se foloseşte filtru albastru.

Pentru protejarea obiectivelor în cazul lămpilor cu arc (căldura poate cauza deslipirea lentilelor) se utilizează filtre termice lichide (apă distilată sau diferite soluţii în apă).

1.9.4. Moduri de iluminare

Microscoapele metalografice utilizează iluminarea obie tului metalic opac prin reflexie. Studiul prin lumină transmis al foiţelor metalice subţiri este încă puţin răspîndit.

Deoarece distanţa dintre lentila frontală a obiectivul şi obiectul cercetat este foarte mică la măriri mari, proba nu po te fi iluminată dintr-o parte. De aceea se utilizează un ilumina tor care în general face ca lumina să treacă prin obiectiv.

1.9.4.1. Iluminarea cu fond luminos

Din tubul iluminator, fascicolul de raze trece prin ob ectiv, cade pe suprafaţa lustruită a probei şi apoi reflectîndu- pătrunde din nou în obiectiv apoi prin tubul microscopului, în o lar.

Părţile perfect plane ale secţiunii metalografice vor părea prin reflexie puternic luminate (fondul luminos), iar adîn turile, neregularităţile care nu reflectă lumina vor apărea întu cate.

Iluminatul cu placă (fig.1.20,a). Razele provenind de sursă cad pe o placă de sticlă subţire plan-paralelă aşezată la (placa Beck-Nachet). O parte din lumină trece prin placă, iar cea- laltă parte este reflectată prin obiectiv, cade asupra obiectulu este reflectată de acesta, trece prin obiectiv şi placă şi ajung la ocular.

Iluminarea este mai slabă decît cea cu prismă, deoarec o parte din lumină se pierde trecînd prin placă, însă puterea de separare este mai mare.

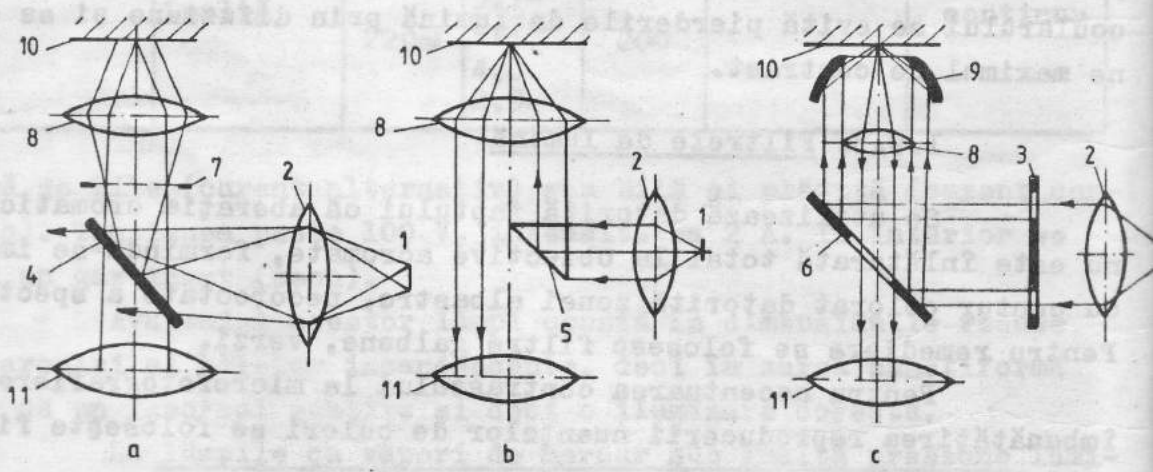


Fig.1.20. Moduri de iluminare: a-cu placă; b-cu prismă sau oglind c-cu fond întunecat; 1-sursă; 2-colector; 3-diafragmă inelară; 4- placă transparentă; 5-prismă; 6-oglindă; 7-diafragmă; 8-obiectiv; 9-oglindă parabolică; 10-obiect; 11-tub ocular.

Iluminatul cu prismă (fig.1.20,b). Prisma are suprafaţa de reflexie acoperită cu un strat de aluminiu şi reflectează în întregime razele de lumină. Se asigură astfel o iluminare puternică a obiectivului.

Razele de lumină cad asupra obiectivului numai dintr-o parte (iluminare oblică); prisma acoperă o parte a unghiului de deschidere a obiectivului şi astfel razele ce formează imaginea trec numai prin partea obiectivului care rămîne liberă. De aceea, din cauză că obiectivul este folosit numai parţial, se reduce puterea lui de separare. Acest sistem se utilizează în special la măriri mici.

In unele construcţii, prisma este înlocuită de o oglindă, corp comun cu placa transparentă şi care poate trece printr-o deplasare în locul acesteia din urmă.

1.9.4.2. Iluminarea cu fond întunecat

In acest caz (fig.1.20,c), razele nu trec prin obiectiv la iluminare. Se utilizează razele marginale ale fascicolului luminos, care sînt reflectate întîi de o placă plană placată cu aluminiu de formă inelară, apoi de o oglindă concavă parabolică, pe suprafaţa obiectului.

Fascicolul de lumină fiind diafragmat central şi marginal (fascicol inelar), condensoarele produc un con de lumină gol, cu focarul situat în planul probei. Suprafaţa ideală plană a probei nu va reflecta lumina prin obiectiv şi va apărea întunecată.

Din cauza reliefului probei o parte din lumina incidentă dispersată va fi reflectată prin obiectiv, ajungînd la ocular. Limitele grăunţilor, porţiunile goale, incluziunile etc., vor apărea luminate, obţinîndu-se astfel imaginea complementară celei obţinute prin iluminare normală şi un contrast bun.

In fig.1.21 este prezentată dispoziţia elementelor iluminatorului care dă posibilitatea iluminării combinate cu fond luminos şi întunecat. Se observă că diafragmele îşi inversează funcţiunile: diafragma de apertură D_a de la fond luminos, devine diafragmă de cîmp D_c la fond întunecat şi invers.

1.9.4.3. Contrastul de fază

Procedeul prin contrast de fază permite printr-un artificiu de iluminare să se pună în evidenţă variaţiile de culori şi de indice de refracţie, scoţîndu-se la iveală pe secţiunea metalografică diferenţe foarte mici de înălţime a planelor corespunzînd la

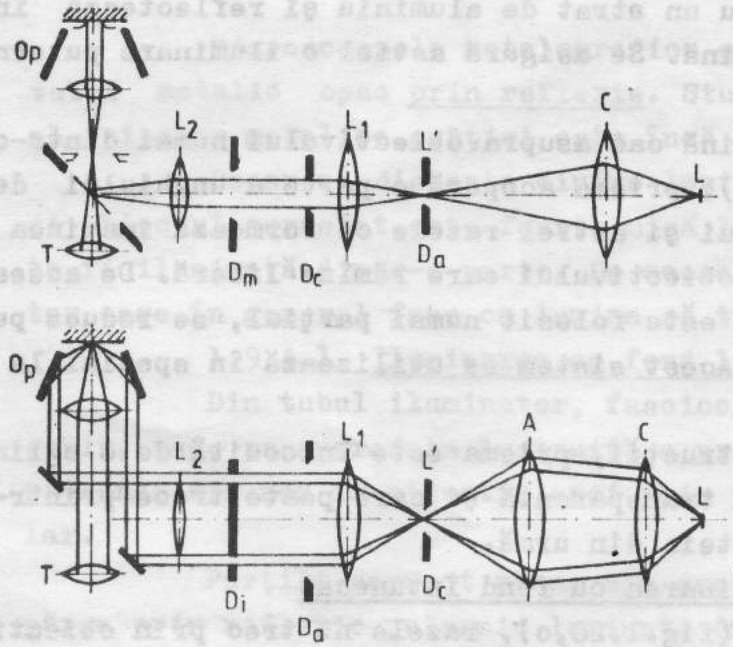


Fig.1.21. Iluminare combinată cu fond luminos şi cu fond întunecat

faze sau grăunţi diferiţi. Se pot observa diferenţele pînă la 20 Å, în timp ce la iluminarea obişnuită este necesară o diferenţă de nivel de 0,5 μm pentru a fi vizibilă.

Pentru aceasta se disociază imaginea centrală şi imaginea de difracţie date de condensor şi obiectiv şi se defazează cu un sfert de lungime de undă. Irisul condensorului este înlocuit cu o diafragmă inelară şi acolo unde se formează imaginea directă a acestei diafragme, deci în punctul său conjugat, se plasează o lamelă de fază, groasă de 3-6 μm (fig.1.22). Această lamă de fază plasată în planul imagine, transformă slabele diferenţe de fază ale razelor reflectate (datorită reflexiilor razelor incidente pe plane diferite ale obiectului) în diferenţe de amplitudine, de unde un contrast mult mărit în imaginea suprafeţei. In funcţie de montaj, zonele mai ridicate pot să apară mai luminate (contrast de fază pozitiv) sau mai întunecate (contrast de fază negativ).

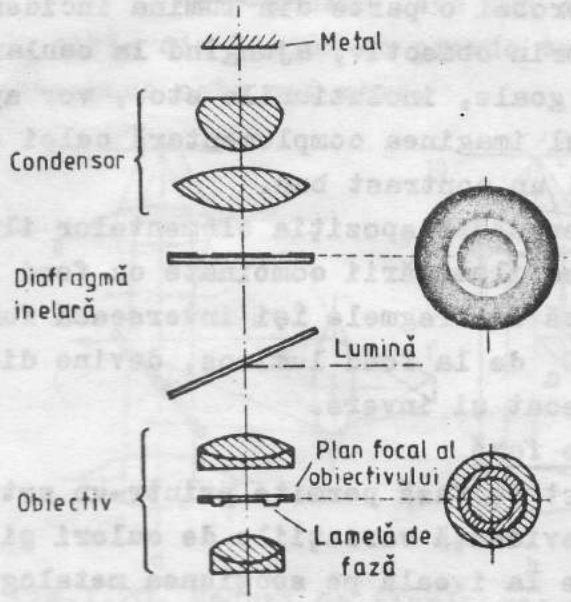


Fig.1.22. Dispoziţia pentru contrast de fază

Contrastul de fază permite adesea să se suprime orice atac al suprafeţei lustruite sau să se identifice (detecteze) constituenţi puţin vizibili în mod obişnuit.

1.9.4.4. Iluminarea cu lumină polarizată

Lumina polarizată, cu oscilaţiile ondulatorii într-un anumit plan, este utilizată la determinarea caracterului structurii cristaline a unor faze, în special a incluziunilor nemetalice în oţeluri.

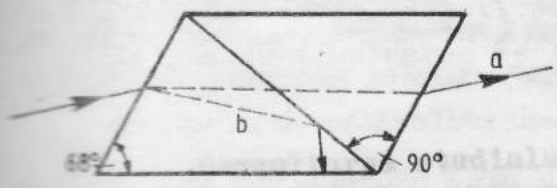


Fig.1.23. Prismă Nicol

Prin reflectarea luminii polarizate de către aceşti constituenţi se schimbă planul în care au loc oscilaţiile şi, prin determinarea unghiului de deviere a acestui plan, se stabilesc caracteristicile structurii cristaline respective.

Drept polarizor care transformă lumina obişnuită în lumină polarizată se utilizează cristale de spat de Islanda, care dedublează raza incidentă în două, una "neobişnuită" refractată puţin şi alta "obişnuită" deviată mult mai puternic.

Prisma Nicol, utilizată la microscoape este compusă din 2 părţi lipite cu balsam de Canada (fig.1.23). Raza obişnuită este reflectată total în planul de separare şi absorbită în suprafaţa interioară vopsită în negru. Iese din prismă numai raza "neobişnuită" polarizată plan, care este utilizată pentru iluminarea cu fond luminos.

Lumina polarizată reflectată de obiect trece apoi prin analizor, care prin rotaţie pînă la extincţie stabileşte unghiul de deviaţie la reflecţie.

2

CONSTRUCTIA SI FUNCTIONAREA MICROSCOAPELOR METALOGRAFICE

Dezvoltarea studiului structurii metalelor şi aplicarea largă a controlului metalografic în producţie a determinat apariţia unui mare număr de tipuri de microscoape metalografice, de cele mai felurite construcţii.

Din punct de vedere al principiului de funcţionare şi al puterii măritoare se deosebesc:

- microscoape metalografice optice, cele mai utilizate cu o putere măritoare pînă la 2000:1, limitată de însăşi mărimea lungimii de undă a luminii albe (0,55 μm) sau ultraviolete (0,275 μm). Cu aceste microscoape se studiază obiectele în lumină reflectată, extrem de rar în lumină transmisă (în cazul foiţelor metalice);

- microscoape electronice, în care elementele optice sînt înlocuite cu elemente electrice: sursa de lumină cu un izvor de electroni, lentilele cu bobine electromagnetice. Se realizează măriri foarte mari (de la 50:1 pînă la peste 1.000.000:1), iar studiul se face prin transmisie, cu ajutorul amprentelor (replicilor) subţiri transparente luate de pe suprafaţa preparată (TEM - Transmission Electron Microscope). Puterea lor separatoare (rezolutivă) ajunge la 0,14 nm (1,4 Å) pentru linii şi 0,20 nm (2 Å) pentru puncte. S-au dezvoltat mult şi microscoapele cu baleiaj pentru probe metalografice, rupturi, pulberi etc., cu măriri de la 10:1 la 160.000:1 şi putere separatoare garantată 4 nm (40 A) (SEM-Scaning Electrone Microscope).

După forma constructivă generală, microscoapele metalografice pot fi verticale sau orizontale, ultimele cu posibilităţi mai mari în ceea ce priveşte metodele de iluminare, puterea măritoare, puterea separatoare, contrastul şi fotografierea, fiind utilizate în special pentru cercetare.

In funcţie de poziţia inferioară sau superioară faţă de obiectiv a probei metalografice, există două tipuri:

- cu măsuţă inferioară, cînd proba trebuie să aibă două suprafeţe plane perfect paralele, pentru ca suprafaţa preparată să ajungă perpendiculară pe axul optic al obiectivului;

- cu măsuţă superioară (microscoape de tip Le Chatelier), la care proba este aşezată cu suprafaţa preparată pe măsuţă. Aceasţă dispoziţie, din ce în ce mai adoptată la microscoapele moderne, permite executarea unei singure suprafeţe plane la probe, suprafaţă care prin aşezare devine perfect perpendiculară pe axul optic.

După construcţia ocularului, sînt microscoape monooculare şi binoculare.

In dotarea laboratoarelor de studiul metalelor (microscopie optică şi electronică) din catedra de tehnologia metalelor a Institutului Politehnic din Cluj-Napoca, există următoarele microscoape metalografice:

- I.O.R. MC-1, I.O.R. MC-2, I.O.R. MC-6 (Industria Optică Română-Bucureşti);

- MIM-3, MIM-6, MIM-7 (URSS);

- Zeiss - Neophot 1, Zeiss - Neophot 2 (RDG);

- Zeiss - Metaval (RDG);

- Zeiss - Epiquant (RDG) pentru analize metalografice cantitative;

- Reichert MeF (Austria) cu cameră de încălzire în vid sau argon; pentru studii metalografice la temperaturi înalte;

- Zeiss SM XX (RDG), stereomicroscop;

- Microdurimetre PMT-3 (URSS) sau microdurimetre Hanemann şi Reichert adaptate la microscoapele Neophot respectiv Reichert;

- Zeiss - Epignost (RDG), microscop adaptat la aparatul de lustruire electrolitică Zeiss - Elypovist);

- Microscop electronic cu transmisie BS 242 E (Cehoslovacia);

- Microscop electronic cu baleiaj BS 300 (Cehoslovacia).

I.O.R. a construit întîi microscopul metalografic universal de cercetare MC-1, iar în 1965, microscopul MC-2, apoi o formă modernizată a acestuia, MC-6.

Dintre alte microscoape metalografice, unele moderne şi cu performanţe ridicate utilizate în cercetare, altele simple (standard) utilizate în învăţămînt şi laboratoare uzinale, sînt de menţionat:

- Leitz-Metallux 1,2 şi 3 (RFG) cu posibilitatea de a obţine măriri standardizate 20, 50, 100, 200, 500 şi 1000 de ori, cu cîmp luminos, întunecat, contrast de interferenţă după Tolansky, Michelson sau prin reflexie;

- Leitz-Ortholux 1 şi 2, Leitz-Metallovert cu măsuţă superioară pentru probe şi piese mari, Leitz Orthoplan şi Metalloplan - microscoape universale cu cîmp larg. La microscoapele Metallux şi Metalloplan se poate adapta camera de încălzire Leitz-Heiztisch 1750; la microscoapele Opton Universal şi Ultraphot, la Leitz-Metallux se poate folosi dispozitiv pentru microduritate;

- MMP-4 (URSS) cu măsuţă superioară, măriri 50:1...1600:1;

- Reichert-Neozet, Reichert-Zetopan (Austria), Zeiss-Epityp (RDG), O.P.L., Nachet (Franţa), MIM-8 derivat din MIM-3, MUF-3 (URSS) pentru lumină ultravioletă, Union Mec 3 Bi (Japonia), Unitron BU-11 (SUA), Cooke (Anglia) etc.

La stereomicroscoape ca MBS-2 (URSS), Zeiss SM XX, Zeiss-Zitoplast (RDG), Reichert Mak (Austria) etc., două microscoape independente optic sînt construite împreună cu axele optice la 15°. Utilizarea lor este de mare importanţă pentru studiul rupturilor, al pulberilor metalice, în toate cazurile cînd imaginea trebuie să fie clară pe o profunzime cît mai mare. Au măriri de la 4:1 la 200:1.

Limita maximă a puterii separatoare a unui microscop obişnuit este de 0,20 μm (2000 Å) ceea ce corespunde unei măriri de cca 1500:1.

Astăzi mărimea puterii separatoare a ajuns la limita sa pentru microscopul optic. Astfel un obiectiv Zeiss cu imersie în monobromonaftalen, cu o apertură numerică de 1,6, permite să se separe 0,14 μm în lumină albastră (λ = 4500 Å). In lumină ultravioletă se ajunge cu un obiectiv de apertură 1,3 cu imersie în ulei, să se separe 0,14 μm la λ = 3650 Å şi 0,08μ la λ = 2000 Å, însă cu mari dificultăţi experimentale.

Putere de separare mai mare se realizează prin microscoapele cu oglinzi şi diferitele tipuri de microscoape electronice (tab.2.1).

Tabelul 2.1

Limita puterilor separatoare pentru diferitele procedee de examinare optică

Radiaţie de iluminare	Sistem	Limita puterii separatoare Å	nm
Lumină vizibilă	Ochi	700.000	70.000
	Microscop cu obiectiv cu imersie de ulei	1.900	190
Lumină ultravioletă	Microscop UV cu 3.650 Å	1.400	140
	2.000 Å	800	80
	Microscop cu oglinzi	500	50
Radiaţie corpusculară	Microscop electronic cu transmisie: - obişnuit	25	2,5
	- special	2	0,2
	Microscop cu emisie:		
	- cu electroni	2	0,2
	- cu protoni	3	0,3
Lumină vizibilă	Microscop cu difracţie	10	1,0
	Ultramicroscop cu două lungimi de undă	1	0,1

Microscoapele cu oglinzi (microscoape cu reflexie) permit o separare mai bună, aberaţiile cromatice sînt nule şi partea ultravioletă nu este absorbită deoarece lentilele sînt înlocuite de oglinzi metalice. Teoretic pentru o apertură de 0,6 puterea separatoare pentru o lungime de undă de 1000 Å ar fi 0,06 Å limită care însă practic nu este atinsă.

Microscopul cu oglinzi a devenit indispensabil pentru examinarea structurii la temperatură înaltă sub vid. Un obiectiv cu lentile de mărire suficientă trebuie să fie plasat foarte aproape de obiect (1-2 mm); dacă obiectivul trebuie să fie încălzit este necesar să îndepărtăm obiectivul şi trebuie să ne mulţumim cu o mărire de maximum 200:1. Din contră, un obiectiv cu oglindă poate fi plasat mult mai departe de obiect. Astfel s-a obţinut o mărire de 750:1 cu un microscop echipat cu un obiectiv cu oglinzi de apertură 0,65 şi o distanţă la obiect de 14 mm.

Microscoapele electronice. Intrebuinţarea radiaţiilor cu lungime de undă mai scurtă a permis să se mărească încă puterea separatoare prin: *microscop electronic prin transmisie sau emisie, microscop cu raze X, microscop cu fascicol de ioni sau de protoni, microscop cu două lungimi de undă.*

2.1. MICROSCOPUL METALOGRAFIC MIM-6

Microscopul vertical MIM-6 cu măsuţă superi ră, serveşte la examinarea vizuală şi fotografierea structurii metalelor (sau a suprafeţii şlefuite a altor obiecte opace) în cîmp luminos. Mărirea maximă a microscopului este 600:1.

2.1.1. Construcţia şi schema optică a microscopului

Microscopul este compus din următoarele părţi principale (fig.2.1):

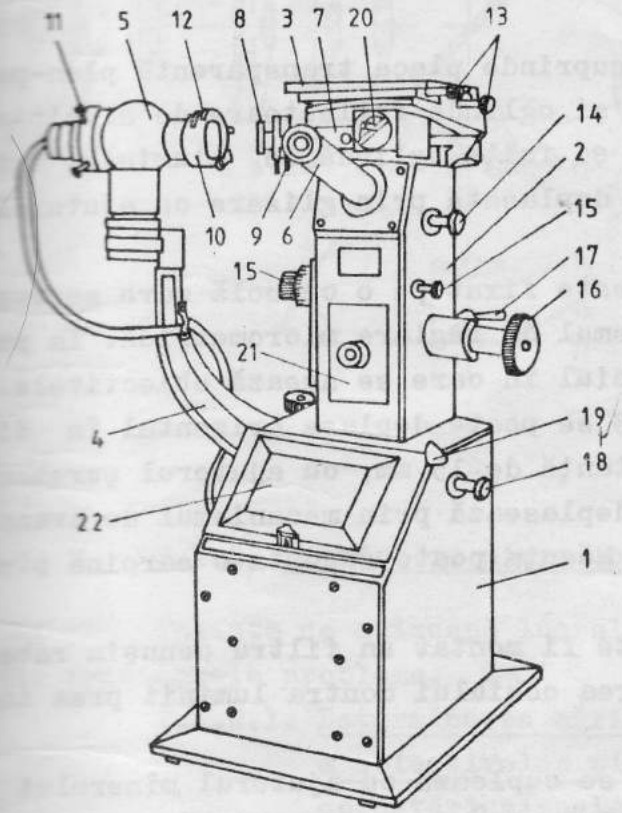


Fig.2.1. Construcţia microscopului MIM-6: 1-carcasa inferioară; 2-carcasa superioară; 3-măsuţa microscopului; 4-braţul iluminatorului; 5-dispozitivul de iluminare; 6-tubul ocular; 7-tubul iluminator; 8-diafragma de apertură; 9-diafragma de cîmp; 10-condensorul iluminatorului; 11-şuruburi pentru centrarea filamentului; 12-filtre de lumină; 13-şuruburi de deplasare a măsuţei; 14-mînerul prismei; 15-tamburul de reglare micrometrică; 16-tamburul de reglare rapidă; 17-mîner pentru fixarea reglării rapide; 18-mînerul obturatorului; 19-opritor declanşabil; 20-mînerul plăcii transparente de reflexie; 21-capac pentru orificiul de introducere a ocularului fotografic; 22-capacul deschiderii camerei fotografice.

- dispozitivul de iluminare 5 fixat pe consola 4;
- carcasa superioară 2 cu tubul iluminator 7, tubul ocular 6, măsuţa 3 şi mecanismul pentru avansul rapid 16 şi cel micrometric 15;
- carcasa inferioară 1 cu camera fotografică.

2.1.1.1. Dispozitivul de iluminare

Sursa de lumină este constituită de un bec special cu incandescenţă de 20 W care lucrează la o tensiune de 8 V, alimentat printr-un transformator de 120/8 V plasat în partea inferioară a microscopului. Primarul transformatorului se branşează la reţeaua de iluminat de 220 V.

Becul se găseşte în interiorul carcasei sferice 5 pe care este montat corpul colectorului 10 şi filtrele de lumină 12. Dulia becului este montată într-o bucşă fixată cu un inel de centrare şi şuruburile 11.

Pe corpul colectorului 10 sînt fixate cu articulaţii patru monturi rabatabile cu filtrele de lumină: verde, galben, albastru închis şi portocaliu.

2.1.1.2. Carcasa superioară.

Tubul iluminator 7 conţine: diafragma de apertură 8, diafragma de cîmp 9, lentilele, cea a diafragmei de cîmp fiind reglabilă.

Iluminatorul central cuprinde placa transparentă plan-paralelă de reflexie (placa Beck) şi oglinda reflectoare de aluminiu. Placa transparentă, avînd pe ea şi foiţa-oglindă de aluminiu, este montată într-o ramă ce poate fi deplasată prin glisare cu ajutorul mînerului 20.

Iluminatorul central este fixat pe o consolă care serveşte şi ca glisieră pentru mecanismul de reglare micrometrică. In partea superioară se găseşte orificiul în care se aşează obiectivele.

Măsuţa microscopului 3 se poate deplasa orizontal în direcţii perpendiculare, pe o distanţă de 15 mm, cu ajutorul şuruburilor 13. In plan vertical ea se deplasează prin mecanismul de avans rapid 16 şi cel micrometric 15. Măsuţa poate suporta o sarcină pînă la 10 kg.

Pe tubul ocular 6 poate fi montat un filtru cenuşiu rabatabil, care serveşte la protejarea ochiului contra luminii prea intense.

La observarea vizuală se cuplează cu ajutorul mînerului 14 prisma care deviază axa optică cu 75° de la verticală, aducînd imaginea în tubul ocular.

Ocularul fotografic, montat într-o armătură glisantă, este introdus în corpul microscopului printr-un orificiu închis cu capacul 21.

2.1.1.3. Carcasa inferioară

In carcasa inferioară 1 se găsesc.

- un obturator care poate fi închis şi deschis cu mînerul 18;
- oglinda pentru devierea axului optic;
- placa mată pentru punerea la punct a imaginii, care

poate fi înlocuită cu caseta plăcii fotografice şi este montată într-un cadru glisant; deschiderea respectivă este închisă cu un capac 22;

- transformatorul.

In fig.2.2 este arătată schema optică a microscopului MIM-6.

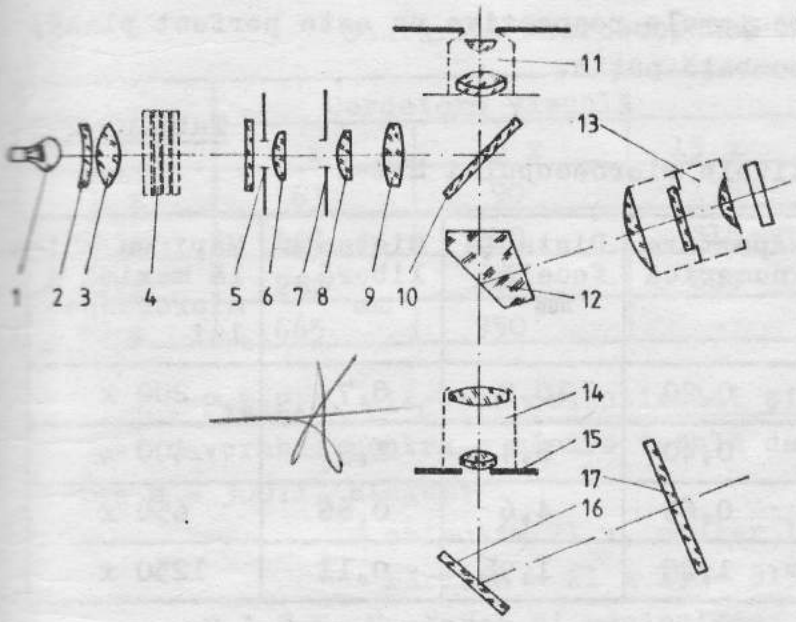


Fig.2.2.Schema optică a microscopului MIM-6: 1-bec de iluminare; 2,3-colector,(condensor); 4-filtre de lumină; 5-diafragma de apertură; 6,8,9-lentile ale sistemului iluminator; 7-diafragma de cîmp; 10-placa plan paralelă de reflecţie; 11-obiectiv; 12-prismă de reflecţie deplasabilă; 13-ocular; 14-ocular de fotografiere; 15-obturator; 16-oglinda camerei fotogtafice; 17-placa fotografică sau placa mată.

2.1.2. Lucrări cu microscopul MIM-6

Inainte de a începe lucrul cu microscopul, trebuie stabilite următoarele probleme.

2.1.2.1. Determinarea măririi proprii teoretice a obiectivelor şi ocularelor pentru cercetări vizuale

Calculul se face după formulele cunoscute:

$$M_{ob} = \frac{\Delta}{f_{ob}} \quad \text{şi} \quad M_{oc} = \frac{d}{f_{oc}}$$

unde: Δ este lungimea optică a tubului microscopului în mm. La MIM-6 este dată numai lungimea mecanică (efectivă) a tubului (190 mm) care este în realitate cu ceva mai mare decît lungimea optică. Din această cauză mărirea teoretică calculată cu lungimea mecanică a tubului rezultă mai mare cu 3-10 % decît mărirea reală.

d este distanţa vederii clare pentru ochiul normal (250 mm).

- f_{ob} şi f_{oc} sînt distanţele focale ale obiectivelor acromate, respectiv ocularelor, date în tabelurile 2.2 şi 2.3. De menţionat că ocularele pentru cercetări vizuale sînt oculare normale Huygens, care nu sînt atît de riguros corectate contra aplanetismului ca ocularele speciale pentru fotografiere. Din această cauză imaginea obţinută cu ocularele respective nu este perfect plană, ci bombată puţin.

Tabelul 2.2

Obiectivele microscopului MIM-6

Indicativul obiectivului	Mărirea proprie practică	Apertura numerică	Distanţa focală mm	Distanţa liberă mm	Mărirea utilă maximă a microscopului
9 x 0,20	9 x	0,20	18,2	8,7	200 x
21 x 0,40	21 x	0,40	8,4	1,9	400 x
40 x 0,65	40 x	0,65	4,6	0,66	650 x
95 x 1,25	95 x	1,25	1,96	0,11	1250 x

Tabelul 2.3

Ocularele microscopului MIM-6

Indicativul ocularului	Mărirea proprie practică	Distanţa focală mm	Destinaţie
7 x micr.	7 x	36,17	Cercetare vizuală
10 x	10 x	24,76	
15 x	15 x	16,90	
6,5 x foto	6,5 x	38,28	Fotografiere
10 x foto	10 x	25,00	

2.1.2.2. Determinarea pentru fiecare obiectiv a măririi utile maxime a microscopului, care depinde de apertura numerică a obiectivului conform formulei empirice:

$$M_{utilă\ max} = 1000 \cdot A_{ob}$$

2.1.2.3. Determinarea tuturor măririlor posibile cu obiectivele şi ocularele, după formula măririi microscopului:

$$M = M_{ob} \cdot M_{oc}$$

Ca măriri proprii (M_{ob} şi M_{oc}) se folosesc cele reale gravate pe lentile. Rezultatele sînt introduse în tabelul 2.4.

Tabelul 2.4

Ocularele microscopului MIM-6

Obiectiv	Cercetare vizuală			Fotografiere	
	7 x	10 x	15 x	6,5 x	10 x
9 x	63	90	135	86	134
21 x	147	210	315	201	313
40 x	280	400	600	383	596
95 x	665	950	-	909	1416

2.1.2.4. Alegerea obiectivului şi ocularului în modul cel mai favorabil pentru o mărire totală dată. Astfel, de exemplu pentru M = 300:1, alegem:

obiectiv 21 x, ocular 15 x

Mărirea = 21 x 15 = 315

2.1.2.5. Montarea şi manipularea microscopului la cercetarea vizuală

Ocularul şi obiectivul de întrebuinţat fiind alese, microscopul se poate instala pentru cercetarea vizuală. Operaţiile se fac succesiv după cum urmează.

a. Controlarea tensiunii de alimentare a microscopului. Microscopul lucrînd cu o tensiune de 120 V curent alternativ, dacă reţeaua de alimentare este diferită, se va intercala un transformator care să dea în secundar 120 V.

b. Incercarea becului iluminat aşezat în corpul iluminator 5, cu ajutorul întrerupătorului montat pe stativul iluminatorului.

c. Reglarea condensorului cu manivela 10 ca să se obţină o pată luminoasă cît mai mică şi clară la intrarea luminii în tubul iluminator 7 şi centrarea imaginii filamentului incandescent cu ajutorul şuruburilor de centrare 11, dacă acesta nu este proiectat centric faţă de deschiderea tubului iluminator (încercarea se face cu o bucată de hîrtie).

d. Aşezarea obiectivului în locaşul său. Pentru acest scop se va ridica măsuţa pentru obiect 3 prin rotirea tamburului de reglare rapidă 16 în direcţia contrară mersului acelor ceasornicului. Dacă se mişcă greu se va controla mînerul de fixare 17 care ar putea fi strîns. După ridicarea măsuţei se îndepărtează capacul protector din locul obiectivului şi obiectivul se aşează uşor în locaşul său (fără înşurubare). După aceasta, măsuţa se coboară pînă la reperul corespunzător obiectivului întrebuinţat.

e. Aşezarea ocularului în tubul vizual. Se va îndepărta capacul protector (contra prafului) de pe tubul ocular 6. Se fixează filtrul de lumină pe tubul ocular 6 şi rotindu-l la o parte se introduce ocularul 23 în tub. Apoi se roteşte din nou filtrul înaintea ocularului, pentru protejarea ochiului contra luminii intense.

f. Piesa se va aşeza pe măsuţa 3, care a fost centrată anterior cu ajutorul şuruburilor coordonate 13, astfel încît centrul orificiului să corespundă cu axa optică a obiectivului.

g. Căutarea imaginii clare cu ajutorul tamburului mecanismului de reglare micrometrică 15. Dacă privind în ocular este întuneric complet, trebuie controlat dacă mînerul prismei 14 şi mînerul obturatorului 18 sînt împinse pînă la refuz.

h. Reglarea diafragmei de cîmp 9, pînă la dispariţia diafragmei din cîmpul vizual al microscopului (fără însă a deschide mai departe); la o diafragmă prea deschisă, imaginea îşi va pierde din claritate.

i. Reglarea diafragmei de apertură 8 pînă la o iluminare potrivită (eventual controlul diafragmei de apertură prin scoaterea ocularului).

Deschiderea prea mare a diafragmei de apertură are ca efect o imagine prea luminoasă, neclară. O închidere prea mare va da un cîmp întunecat, prea puţin luminat.

j. Cercetarea obiectului prin mişcarea şuruburilor coordonate 13, reglînd între timp după necesitate claritatea imaginii prin tamburul micrometric 15.

2.1.2.6. Demontarea microscopului după terminarea lucrării

Se întrerupe curentul cu întrerupătorul şi de la priza aparatului. Se ridică măsuţa cu ajutorul tamburului 16, se scoate obiectivul şi se introduse în cutia sa; apoi se acoperă locaşul

obiectivului cu capacul său protector. Se roteşte filtrul de lumină dinaintea ocularului, se scoate ocularul, se demontează filtrul de lumină de pe tubul ocular şi se acoperă capătul liber al tubului cu capacul său.

Toate piesele se aşează la locul lor din cutia accesoriilor. Corpul microscopului se acoperă cu o cutie de carton sau material plastic, sau cu un sac de pînză neagră, pentru a-l proteja contra prafului.

2.1.2.7. Microfotografierea cu microscopul MIM-6

Operaţiile pentru obţinerea imaginii fotografice a structurii suprafeţei de cercetat sînt următoarele:

a. Pregătirea prealabilă a microscopului pentru cercetare vizuală conform punctului 3.1.2.5 (a-c).

b. Introducerea ocularului fotografic în interiorul corpului superior 2 al microscopului cu sania glisantă prin uşa 21, care e demontată şi apoi pusă din nou la loc.

Alegerea ocularului fotografic se face după tabelul 6, conform măririi liniare necesare pe placa fotografică. Obiectivele sînt aceleaşi ca la cercetarea vizuală, ocularele fotografice sînt oculare speciale corectate şi adaptate lungimii optice a camerei fotografice 1.

Mărirea rezultată pe placă

$$M_{foto} = M_{ob} \cdot M_{oc\ foto}$$

c. Aşezarea obiectivului astfel ales, aşezarea unui ocular normal în tubul ocular pentru cercetare vizuală, aproximativ de aceeaşi mărire proprie ca ocularul fotografic şi efectuarea operaţiilor pentru cercetare vizuală conform punctului 3.1.2.5 (d-c).

d. Deschiderea burdufului (capacului) 22 al camerei fotografice 1.

e. Tragerea spre sine a mînerului prismei 14 şi mînerului obturatorului 18.

f. Reglarea imaginii pe sticlă mată cu ajutorul tamburului de reglare micrometrică.

g. Dacă lumina nu este destul de intensă şi dacă mărirea totală nu întrece 300:1, placa Beck poate fi deplasată în sus cu mînerul 20. Astfel segmentul de oglindă intră în funcţiune şi dă o iluminaţie puternică.

h. Dacă materialul negativ (placa sau filmul fotografic) cere, se introduce un filtru de lumină 12 de culoare potrivită în drumul razelor ieşite din iluminatorul 5.

i. Inchiderea obturatorului 18 al camerei fotografice prin împingerea pînă la refuz a mînerului. Declanşarea opritorului 19 şi schimbarea sticlei mate cu caseta conţinînd placa fotografică, fixarea casetei cu opritorul 19, deschiderea casetei, expunerea potrivită cu ajutorul obturatorului 18, închiderea obturatorului, închiderea casetei, scoaterea casetei prin declanşarea cu opritorul 19 şi în sfîrşit developarea plăcii fotografice în laboratorul fotografic. Burduful cu sticla mată se introduce imediat după scoaterea casetei în locul său, fixat cu opritorul 19.

2.1.2.8. Măsuri de precauţie la manipularea microscopului

Nici o suprafaţă liberă de lentilă nu se atinge cu mîna, fiindcă transpiraţia corodează cu timpul sticla. Dacă totuşi s-a atins cu degetul o lentilă, urmele de grăsime trebuie curăţate conform prescripţiilor. Inaintea montării şi după demontare, lentilele precum şi filtrele de lumină se controlează dacă nu au urme de atingere sau praf. Nu e permis să se prindă nici o piesă de pe microscop cu mîna umedă (cu apă, reactiv), de asemenea trebuie verificat ca proba metalografică să fie bine uscată.

Incă o regulă generală: nici o piesă mobilă de pe microscop nu e voie să fie forţată dacă nu se mişcă uşor.

2.2. MICROSCOPUL METALOGRAFIC MIM-7

Microscopul metalografic vertical MIM-7 este un tip mai modern, avînd posibilitatea şi a cercetării în cîmp întunecat şi cu lumină polarizată. Mărirea utilă este între 60:1 şi 1440:1 la observarea vizuală şi de la 70:1 la 1350:1 la microfotografiere.

2.2.1. Schema optică a aparatului

2.2.1.1. Funcţionarea în cîmp luminos (fig.2.3)

Fascicolul luminos al lămpii 1 se proiectează prin intermediul colectorului în planul diafragmei de apertură 5. La rîndul ei diafragma se proiectează în planul obiectivului prin sistemul care constă din lentilele 6 şi 10, prisma 9 şi placa reflectoare 11.

Razele luminoase reflectîndu-se de la obiect trec din nou prin obiectiv, trec prin placa reflectoare (placa Beck) şi cad pe lentila acromatică 14. Obiectivul serveşte astfel nu numai pentru obţinerea imaginii ci şi pentru iluminare.

Razele paralele care ies din obiectiv, trecînd prin lentila 14 formează imaginea obiectului în planul focal al ocularului.

La observarea vizuală, în drumul razelor se introduce oglinda reflectoare 18, care abate razele în direcţia ocularului 19.

La fotografiere, oglinda 18 se scoate din sistem şi razele se îndreaptă direct spre ocularul fotografic 15. Imaginea dată de acesta este apoi reflectată în oglinda 16 şi dirijată spre placa fotografică.

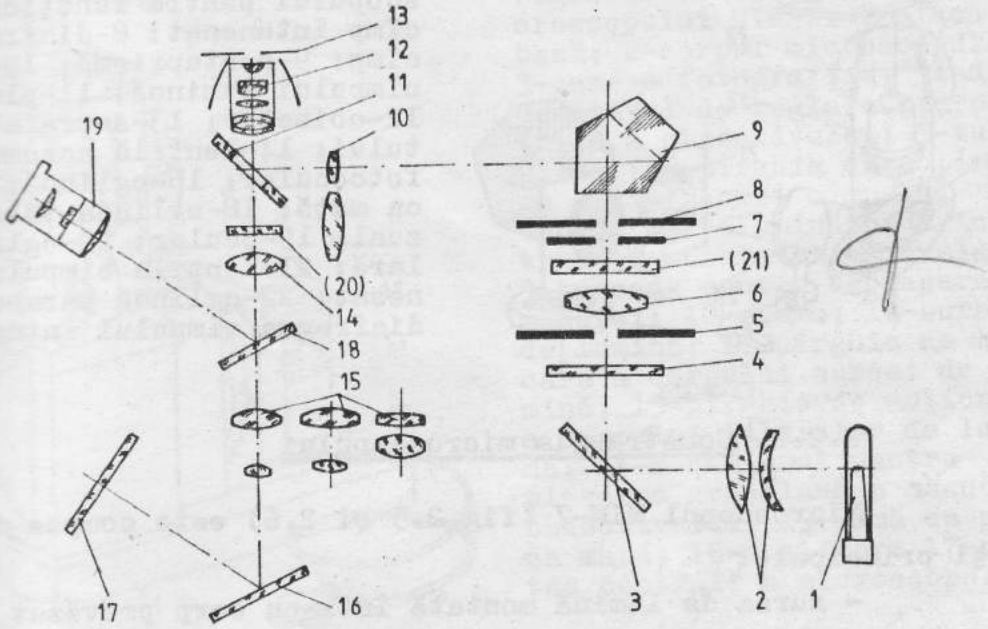


Fig.2.3. Schema optică a microscopului MIM-7 pentru funcţionare în cîmp luminos: 1-sursa de lumină; 2-colector; 3-oglinda iluminatorului; 4-filtre; 5-diafragma de apertură; 6-lentila acromatică; 7-obturator; 8-diafragma de cîmp;9-pentaprismă; 10-lentila cîmpului luminos; 11-placa Beck; 12-obiectiv; 13-suprafaţa obiectivului; 14-lentilă acromatică; 15-fotoocular; 16-oglindă; 17-placa mată; 19-oglinda tubului vizual; 19-ocular;20-analizor; 21-polarizor.

Pentru observarea <u>în lumină polarizată</u>, în sistem se includ două filtre de cîmp: unul din ele, polarizorul 21, se aşează pe rama lentilei 6, iar al doilea, analizorul 20,se introduce în şanţul situat sub corpul iluminatorului.

2.2.1.2. <u>Funcţionarea în cîmp întunecat</u> (fig.2.4)

In acest caz, în locul lentilei cîmpului luminos 10 se intercalează în sistem lentila cîmpului întunecat 21 şi diafragma 23. Ca şi în cazul anterior, sursa de lumină se proiectează în planul diafragmei de apertură, care este situată în planul focal al sistemului compus din lentilele 6 şi 21. Din această cauză, după traversarea lentilei 21, lumina formează un fascicol paralel. Diafragma 23

Fig. 2.2 2.3, 2.7, 2.9

reţine partea centrală a acestui fascicol astfel încît pe oglinda inelară 20 cade un fascicol luminos avînd aceeaşi formă, care se reflectă, ajungînd pe suprafaţa interioară lucioasă a oglinzii parabolice 22. Aceasta concentrează razele asupra obiectului.

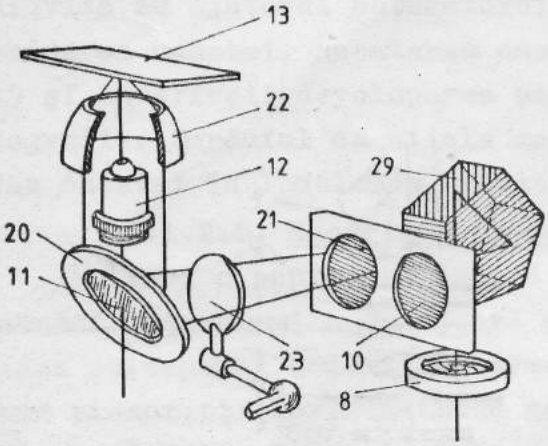


Fig.2.4.Schema optică a microscopului pentru funcţionarea în cîmp întunecat: 8-diafragma de cîmp; 9-pentaprismă; 10-lentila cîmpului luminos; 11-placa Beck; 12-obiectiv; 13-suprafaţa obiectului; 14-lentilă acromatică;15-fotoocular; 16-oglindă; 17-placa mată; 18-oglinda tubului vizual; 19-ocular; 20-oglindă inelară; 21-lentila cîmpului întunecat; 22-oglindă parabolică;23-diafragma cîmpului întunecat.

2.2.2. Construcţia microscopului

Microscopul MIM-7 (fig.2.5 şi 2.6) este compus din patru părţi principale:

- sursa de lumină montată într-un corp prevăzut cu un mecanism de centrare şi cu ghidaje pentru reglare;
- corpul aparatului cu camera fotografică şi diafragma de apertură;
- partea superioară a aparatului cu iluminatorul, tubul vizual şi mecanismele pentru deplasarea măsuţei şi deplasarea micrometrică a obiectivului;
- măsuţa obiectului.

2.2.2.1. Sursa de lumină

Corpul sursei de lumină are construcţia unui far şi este fixat pe o piesă în formă de L cu ajutorul a două şuruburi de centrare 12 (fig.2.6). Piesa împreună cu sursa se poate deplasa pe două ghidaje ale plăcii de bază 1 (fig.2.5), putînd fi fixată cu ajutorul pîrghiei 12 (fig.2.5).

Sursa este constituită de un bec de proiecţie cinematografică de 170 W care lucrează la tensiuni pînă la 17 V. Alimentarea se realizează de la transformatorul aparatului al cărui primar poate fi legat la una din tensiunile de 110, 127 sau 220 V.

Tensiunea secundară se fixează la valoarea dorită cu un comutator.

2.2.2.2. Corpul aparatului

In partea din spate a corpului microscopului se află montat colectorul şi pîrghia 13 (fig.2.5) de acţionare a discului filtrelor de lumină (filtre: albastru, galben-verzui, portocaliu şi verde).

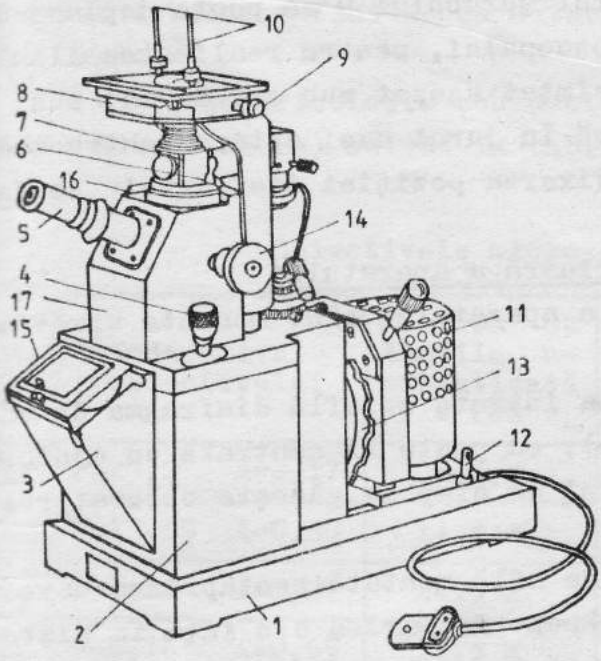


Fig.2.5. Vedere generală a microscopului MIM-7: 1-placa de bază; 2-corpul microscopului; 3-camera fotografică; 4-dispozitivul de reglare micrometrică a obiectivului; 5-tubul vizual; 6-pîrghia de acţionare a diafragmei cîmpului întunecat; 7-iluminatorul central; 8-măsuţa obiectivului; 9-butoane pentru deplasarea măsuţei; 10-cleme; 11-sursa de lumină; 12-pîrghia de blocare a corpului sursei de lumină; 13-pîrghie de acţionare a discului filtrelor de lumină; 14-mecanismul pentru deplasarea grosolană a măsuţei obiectivului; 15-ramă cu placa mată; 16-analizor; 17-partea centrală a microscopului.

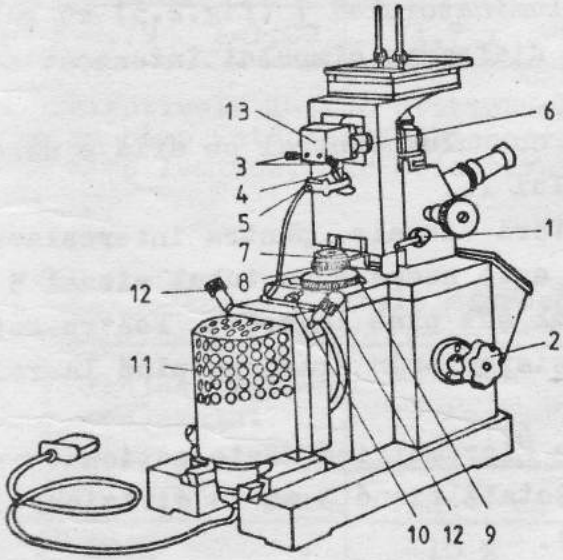


Fig.2.6. Vedere din spate a microscopului: 1-pîrghie de fixare a mecanismului de deplasare a măsuţei; 2-buton de acţionare a mecanismului de schimbare a fotoocularelor; 3-şuruburi de centrare a diafragmei de cîmp; 4-pîrghia de acţionare a diafragmei de cîmp; 5-obturator; 6-rama glisantă cu lentilele cîmpului luminos şi întunecat; 7-rama lentilei de iluminare; 8-inelul diafragmei de apertură; 9-şurub pentru deplasarea diafragmei de apertură; 10 şurub pentru blocarea diafragmei de apertură; 11-corpul sursei de lumină; 12-şuruburi de centrare; 13-caseta pentaprismei.

In stînga, pe corpul aparatului se află butonul 2 (fig. 2.6) de acţionare a mecanismului de schimbare a fotoocularelor, avînd marcate măririle acestora.

Caseta fotografică 9 x 12 cm sau rama 15 (fig.2.5) cu sticlă mată, pot fi fixate în locaş cu două cleme.

Mecanismul diafragmei de apertură este montat pe partea superioară a corpului aparatului, sub lentila de iluminare 7 (fig. 2.6). Schimbarea diametrului diafragmei se realizează prin rotirea unui inel zimţat, iar cu ajutorul şurubului 9 se poate deplasa diafragma de la axa optică a microscopului, pentru realizarea iluminării înclinate. Cu un alt inel zimţat aşezat sub cel de mai sus se poate roti diafragma de apertură în jurul axei optice pentru modificarea direcţiei de iluminare. Fixarea poziţiei diafragmei se face cu şurubul 10.

2.2.2.3. Partea superioară a aparatului

In partea superioară a aparatului sînt montate următoarele subansamble:

Tubul de iluminare. La intrare se află diafragma de cîmp, acţionată cu pîrghia 4 (fig.2.6); ea poate fi centrată cu ajutorul şuruburilor 3. In faţa diafragmei de cîmp se găseşte obturatorul fotografic 5.

In cutia metalică 13 se află montată pentaprisma care deviază razele cu 90° spre placa Beck. In partea din faţă în nişte ghidaje este montată rama glisantă 6, cu lentilele cîmpului luminos şi întunecat (în schema optică din fig.2.4, lentilele 10 şi 21).

In corpul central al iluminatorului 7 (fig.2.5) se găseşte placa Beck cu oglinda inelară şi diafragma cîmpului întunecat acţionată de pîrghia 6.

La partea inferioară a corpului central se află o deschizătură pentru montarea analizorului 16.

Tubul vizual. La cercetări vizuale, pentru intercalarea oglinzii 18 (fig.2.3) în sistem, este necesar ca tubul vizual 5 (fig.2.5) să fie împins în locaşul său pînă la refuz. Pentru fotografiere, oglinda se scoate din sistem prin tragerea pînă la refuz a tubului.

Dispozitivul de reglare micrometrică. Este acţionat prin butonul 4 (fig.2.5), deplasarea totală fiind 3 mm (o diviziune de pe tambur corespunde la 0,003 mm).

2.2.2.4. Măsuţa obiectivului

Măsuţa obiectivului poate fi deplasată vertical prin butonul 14 (fig.2.5) de reglare grosolană, fixarea într-o anumită poziţie, făcîndu-se cu pîrghia de blocare 1 (fig.2.6). Cu ajutorul

şuruburilor micrometrice 9 (fig.2.5), măsuţa poate fi deplasată orizontal în două direcţii perpendiculare pe distanţe de 15 mm.

Măsuţa poate suporta obiecte de maximum 10 kg.

2.2.2.5. Obiectivele şi ocularele microscopului

Obiectivele acromate sînt calculate şi corectate pentru lungimea tubului infinită. Caracteristicile lor sînt trecute în tabelul 2.5.

Caracteristicile ocularelor (Huygens, de compensaţie şi pentru fotografiere) se văd în tabelul 2.6.

Tabelul 2.5

Obiectivele microscopului MIM-7

Nr. crt.	Indicativul obiectivului	Mărirea cu lentila acromatizată F = 200	Distanţa focală mm	Apertura numerică mm	Distanţa liberă mm
1.	F=23,2 A=0,17	8,6 x	23,2	0,17	6,2
2.	F=13,89 A=0,30	14,4 x	13,89	0,30	5,71
3.	F=8,16 A=0,37	24,5 x	8,16	0,37	2,6
4.	F=6,16 A=0,65	32,5 x	6,16	0,65	0,87
5.	F=2,77 A=1,25 cu imersie	72,2 x	2,77	1,25	0,44
6.	F=2,79 A=1,00	71,7 x	2,79	1,00	0,65

Obiectivele 1-4 se utilizează atît pentru cîmp luminos cît şi pentru cîmp întunecat. Obiectivul 5 este utilizabil exclusiv pentru cîmp luminos, iar obiectivul 6 exclusiv pentru cîmp întunecat.

Tabelul 2.6

Ocularele microscopului MIM-7

Nr. crt.	Indicativul ocularului	Mărirea proprie practică	Distanţa focală mm	Cîmpul liniar al vederii mm
1.	7 x micr.	7 x	35,9	18,0
2.	10 x	10 x	25,0	14,0
3.	15 x	15 x	17,0	8,0
4.	20 x comp.	20 x	12,6	9,0
5.	7 x foto	7 x	26	21,0
6.	10 x foto	10 x	25	13,4
7.	15 x foto	15 x	17	12,0

2.2.3. Manevrarea microscopului MIM-7

2.2.3.1. Observarea vizuală în cîmp luminos

Observaţiile obişnuite sînt analoage celor descrise la microscopul MIM-6. In cele ce urmează se vor arăta aceste operaţii, insistîndu-se numai asupra celor specifice.

Reglarea iluminatorului. Pentru centrarea sursei de lumină se aduce diafragma de apertură la poziţia "0" prin rotirea şurubului 9 (fig.2.6). Se conectează apoi lampa de iluminare. Pe inelul 7 în care este montată lentila de iluminare se aşează o foiţă de hîrtie pe care se va forma imaginea lămpii. Prin deplasarea lămpii pe ghidajele sale se reglează claritatea imaginii, realizîndu-se concentrarea razelor pe foiţă, iar cu ajutorul şuruburilor de centrare 12 a farului lămpii se face centrarea imaginii.

Manipularea microscopului. In timpul lucrului cu obiective puternice (măriri mari), focalizarea microscopului trebuie făcută cu mare atenţie, numai cu ajutorul mecanismului de reglare micrometrică, evitîndu-se atingerile bruşte ale obiectivului cu obiectul studiat.

In cazul utilizării obiectivelor de imersiune, picătura de ulei se pune pe lentila frontală a obiectivului, apoi măsuţa se lasă în jos cu butonul de reglare grosolană, pînă la atingerea picăturii, se blochează cu pîrghia 1 (fig.2.6) şi se reglează apoi cu mecanismul micrometric. După terminarea lucrului uleiul se şterge de pe obiect şi obiectiv cu vată şi apoi se spală cu benzină.

Alegerea obiectivelor şi ocularelor se face în funcţie de mărirea dorită, după tabelul 2.7.

Diafragmarea. Diafragma de apertură se deschide cam la 2/3 din diametrul pupilei, aprecierea făcîndu-se prin privirea în tubul vizual din care s-a scos ocularul. La o deschidere prea mică scade puterea separatoare (contururi duble), iar la una prea mare se micşorează claritatea şi contrastul imaginilor.

Diafragma de cîmp limitează cîmpul vizual al obiectivului, punîndu-l în concordanţă cu cîmpul vizual al ocularului utilizat. Imaginea diafragmei de cîmp în planul focal al ocularului trebuie să fie puţin mai mare decît diafragma ocularului utilizat şi situată centric.

Iluminarea oblică. Se utilizează pentru obţinerea imaginilor pseudostereoscopice ale obiectelor în relief, realizîndu-se prin deplasarea fascicolului luminos de la axa optică a microscopului. Razele înclinate creează "umbre" care produc senzaţia de relief a imaginii.

2.3. MICROSCOPUL METALOGRAFIC I.O.R. MC-2

Este un microscop vertical cu măsuţă inferioară, care permite studiul în cîmp luminos, în cîmp întunecat şi în lumină polarizată, la măriri pînă la 1000:1. Microscopul permite fotografierea microstructurilor pe film (24 x 36 mm) cu ajutorul unui aparat de fotografiat montat.

Schema optică a microscopului este redată în fig.2.7. Razele de lumină emise de către un bec cu filament incandescent 1 de 6V şi 30 W trec printr-o placă mată 2, lentilele condensoare 3 şi, prin corpul microscopului sînt dirijate spre sistemul de iluminare cu ajutorul oglinzilor 4 şi 5. In continuare, razele trec prin diafragma de cîmp 6, lentila iluminatoare 7, diafragma de apertură 11 şi sînt reflectate spre proba metalografică prin obiectivul 14, de către plăcuţa iluminatoare 15. Razele reflectate de suprafaţa probei trec prin obiectivul 14 în direcţia verticală şi sînt deviate spre ocularul 18 cu ajutorul prismei 17.

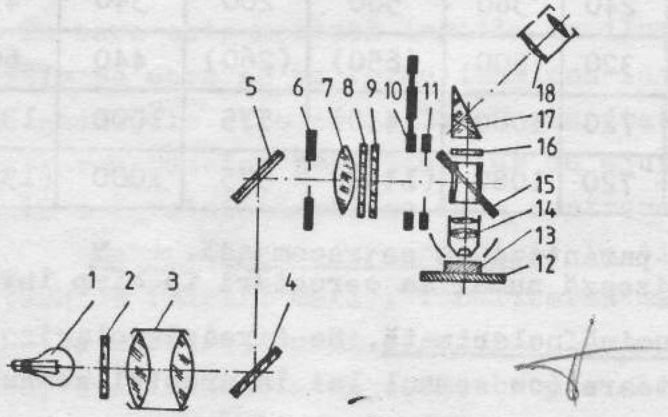


Fig.2.7. Schema optică a microscopului metalografic MC-2: 1-sursa de lumină; 2-placă mată; 3-condensor; 4-oglindă; 5-oglindă; 6-diafragma de cîmp; 7-lentilă; 8-filtru de culori; 9-polarizor; 10-diafragma rabatabilă a cîmpului întunecat; 11-diafragma de apertură; 12-măsuţa microscopului; 13-proba; 14-obiectiv; 15-placă de reflexie; 16-analizor; 17-prismă; 18-ocular.

Microscopul se compune din următoarele părţi (fig.2.8): corpul microscopului, blocul mecanismelor de reglare a claritătii imaginii, dispozitivul sursei de lumină, iluminatorul, tubul ocularului cu dispozitivul de fotografiere.

In partea posterioară a corpului se află o bucşă pentru introducerea dispozitivului sursei de lumină. In capătul tubului dispozitivului se montează becul iluminator 1, care se alimentează cu curent de la un transformator separat 20. Lentila condensoare se reglează prin rotirea manetei 3.

Proba metalografică se fixează în plastilină pe o plăcuţă metalică cu ajutorul unei prese de mînă. Plăcuţa cu proba se aşază

pe măsuţa 13 între două cleme limitatoare 14. Pentru deplasarea măsuţei în plan orizontal servesc butoanele concentrice 16 şi 17. Măsuţa este montată pe ghidajul mecanismului de reglare a claritătii prin intermediul unei console. Fixarea consolei se face cu un şurub de mînă, existînd astfel posibilitatea reglării pe verticală a poziţiei măsuţei în funcţie de înălţimea probelor metalografice.

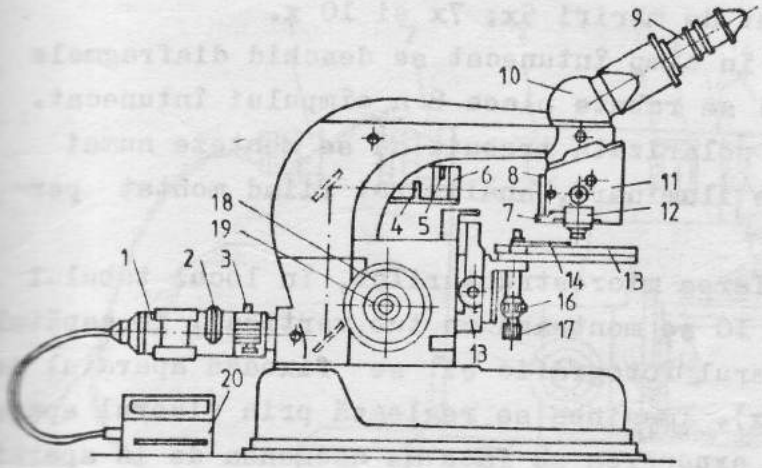


Fig.2.8. Microscopul metalografic MC-2: 1-sursa de lumină; 2-placa mată; 3-condensor; 4-diafragma de cîmp; 5-filtru de culori;6-polarizor; 7-diafragma de apertură; 8-diafragma rabatabilă a cîmpului întunecat; 9-ocular; 10-prismă; 11-iluminator; 12-obiectiv; 13-măsuţă; 14-clemă; 15-şurub de fixare a măsuţei; 16-buton pentru deplasare longitudinală; 17-buton pentru deplasare transversală; 18-reglare brută a claritătii; 19-reglare fină a claritătii; 20-transformator.

Reglarea grosolană a claritătii se face cu ajutorul tamburului 18 din ambele părţi laterale ale microscopului, acţionînd asupra ghidajului pe care este fixată măsuţa. Surubul de mînă 15 permite blocarea mişcării grosolane, rotindu-se în sens invers acelor ceasornicului.

Reglarea fină a claritătii se realizează prin intermediul butonului micrometric 19, aflat concentric cu tamburul 18. Butonul micrometric este divizat în 100 de părţi, fiecare diviziune reprezentînd 1/1000 mm deplasare pe verticală a măsuţei.

In capătul braţului corpului microscopului se află locaşul în care se fixează iluminatorul 11. Pe partea lui inferioară se introduce obiectivul 12, prin intermediul unei plăci de ghidare. Pe partea posterioară se găseşte maneta diafragmei de apertură 7 şi placa rabatabilă a diafragmei cîmpului întunecat 8. Pe partea laterală a iluminatorului se află două butoane pentru centrarea fasciculului de lumină.

Iluminatorul primeşte razele de lumină din tubul iluminator în care se află maneta 4 pentru reglarea diafragmei de cîmp, locaşul pentru filtrele de culori 5 şi locaşul pentru polarizor 6.

In locaşul aflat la capătul braţului corpului microscopului se montează tubul ocularului în care se află prisma 10 şi ocularul 9 sau un binocular. Microscopul este înzestrat cu 4 obiective acromatice cu măriri 7 x; 12 x; 22 x şi 44,5 x, care au suprafeţele reflectante pentru studiul în cîmp întunecat şi un obiectiv acromatic cu imersie de mărire 100 x. Ocularele tip Huygens pentru studiul vizual sînt de măriri 5x; 7x şi 10 x.

Pentru studiul în cîmp întunecat se deschid diafragmele de apertură şi de cîmp şi se rabate placa 8 a cîmpului întunecat. Pentru studiul în lumină polarizată trebuie să se monteze numai polarizorul 6 pe tubul de iluminare, analizorul fiind montat permanent în iluminator.

Pentru fotografierea microstructurilor, în locul tubului ocularului şi al prismei 10 se montează un tub vertical, în capătul căruia se introduce ocularul fotografic şi se fixează aparatul de fotografiat (Exacta-Warex). Imaginea se reglează prin vizorul aparatului de fotografiere şi expunerea se face de asemenea de la aparat.

2.4. MICROSCOPUL METALOGRAFIC I.O.R. MC-6

Derivat din microscopul MC-2, este tot un microscop vertical cu măsuţă inferioară, care permite studiul în cîmp luminos, în cîmp întunecat şi în lumină polarizată, la măriri pînă la 1250:1.

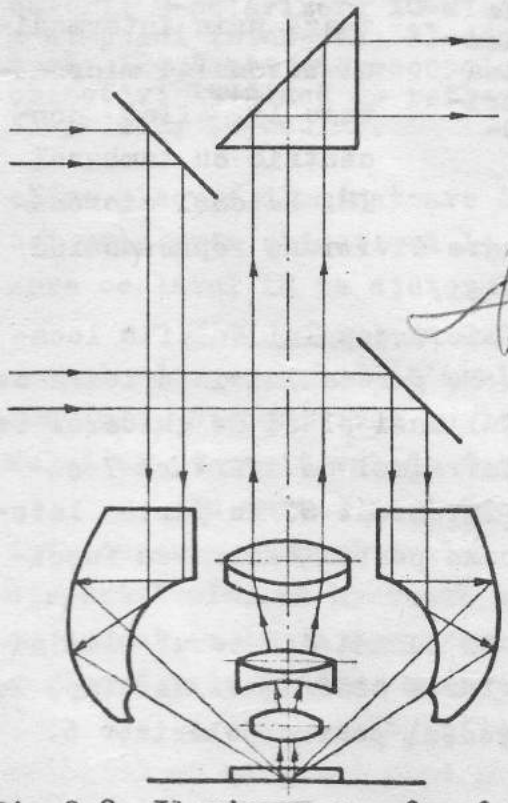


Fig.2.9. Iluminare cu cîmp întunecat la microscopul MC-6

Microscopul foloseşte sistemul de iluminare Köhler, lumina de la sursă fiind deviată de o placă de sticlă semitransparentă sau o prismă prin obiectiv spre obiect (studiu în cîmp luminos).

In cazul iluminării în cîmp întunecat se foloseşte iluminarea inelară, aşezîndu-se în calea razelor incidente o suprafaţă eliptică ce reflectă la 90° o porţiune inelară din fascicolul de lumină pe o oglindă convexă, apoi pe o oglindă concavă de unde ajung pe probă (fig.2.9).

Părţile componente ale microscopului se văd în fig.2.10.

Microscopul este înzestrat cu 4 obiective acromate: 6,3 x; 16 x; 40 x; 100 x (cu imersie) şi 2 oculare Huygens: 8 x şi 12,5 x; de asemenea cu oculare pentru fotografiere şi proiecţie.

In tabelul 2.8 se dau posibilităţile de mărire ale microscopului la studiu vizual.

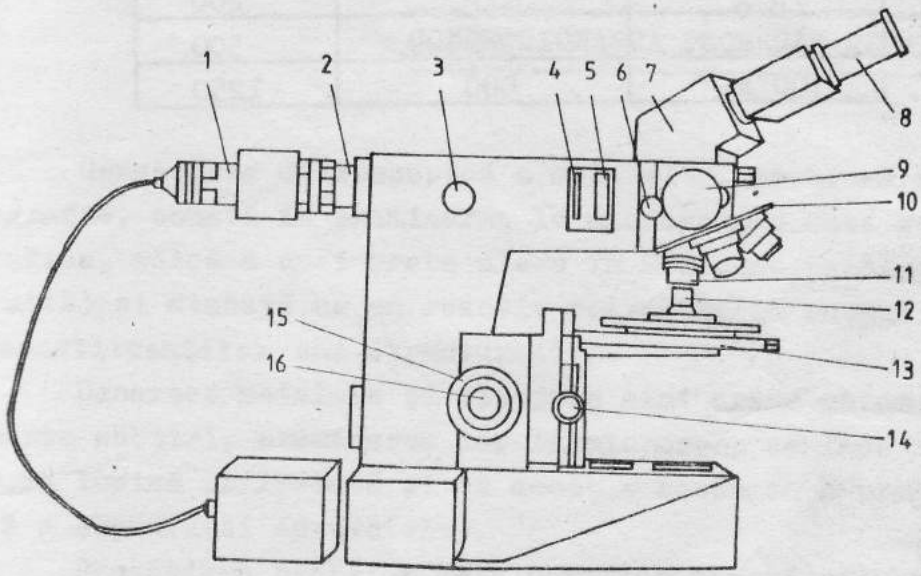


Fig.2.10. Microscopul metalografic MC-6 (vedere din stînga): 1-sursa de lumină; 2-placă mată şi condensor; 3-oglindă rabatabilă; 4-filtru; 5-polarizor; 6-şurub de strîngere a corpului reflector; 7-corp prisme; 8-ocular; 9-corp reflector; 10-cap revolver (turelă); 11-obiectiv; 12-probă; 13-măsuţă; 14-şurub de fixare a măsuţei; 15-reglare brută a claritătţii; 16-reglare fină a claritătţii.

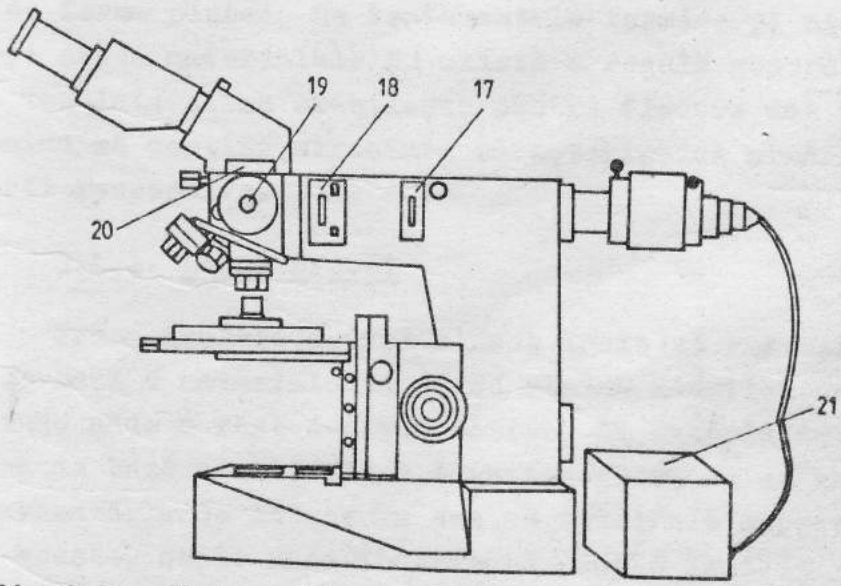


Fig.2.11. Vedere din dreapta a microscopului MC-6: 1-diafragma de apertură; 18-diafragma de cîmp; 19-pîrghia corpului reflector (diafragma rabatabilă a cîmpului întunecat); 20-analizor; 21-transformator

Tabelul 2.8

Măririle date de microscopul MC-6

Oculare / Obiective	8 x	12,5 x
6,3 x	50,4	78,75
16 x	128	200
40 x	320	500
100 x	800	1250

3

CONFECTIONAREA PROBELOR METALOGRAFICE

Cercetarea microscopică a metalelor, problemă de bază în metalografie, constă în examinarea la microscop a unei secţiuni metalografice, adică a unei probe alese în mod convenabil, şlefuită (lustruită) şi atacată cu un reactiv potrivit, în scopul diferenţierii constituenţilor săi structurali.

Deoarece metalele şi aliajele sînt opace chiar în secţiuni foarte subţiri, examinarea lor la microscop se face aproape exclusiv în lumină reflectată şi de aceea e necesară o pregătire prealabilă a suprafeţei epruvetelor.

Pregătirea probelor metalografice constă din următoarele operaţii: luarea probei din materialul de examinat, şlefuirea, lustruirea şi atacarea cu un reactiv chimic.

3.1. LUAREA PROBEI DIN MATERIALUL DE EXAMINAT

Locul şi modul luării probei depinde de natura materialului, de forma piesei, de tratamentele termice şi mecanice la care a fost supus materialul. Nu există o regulă generală pentru alegerea locului; el se stabileşte pentru fiecare caz în parte, proba trebuind să conţină structura caracteristică urmărită de scopul cercetării respective.

3.1.1. Locul probei

Proba trebuie astfel aleasă încît să reprezinte structura medie, de bază a materialului şi să rămînă identică cu restul materialului de unde a fost scoasă. Astfel, de exemplu dacă se studiază structura de bază a unei piese turnate, proba nu se va lua din partea exterioară, unde structura are cu totul alt aspect din cauza răcirii bruşte, decît masa interioară răcită lent.

Cînd o piesă a fost tratată termic sau termochimic la suprafaţă (călire, cementare, nitrurare etc.) sau prezintă defecte

la suprafaţă din cauza încălzirii (decarburare, oxidare, ardere), suprafaţa de pregătit trebuie astfel aleasă, încît să se poată compara structura interioară nemodificată cu cea modificată de la suprafaţă.

In cazul pieselor care prin încălzire s-au oxidat la suprafaţă, proba trebuie curăţită înaintea şlefuirii de acest strat ars.

Prescripţii privind direcţia secţiunii metalografice (longitudinală, transversală etc.) ca şi alte indicaţii asupra confecţionării probelor se găsesc în STAS 4203-74 "Luarea şi pregătirea probelor metalografice".

3.1.2. Modul de scoatere

Trebuie să se ţină seama că prin modul de scoatere a probei să nu fie modificată structura, falsificîndu-se rezultatele cercetării. Se vor evita deci procedeele care produc o încălzire puternică sau o deformare la rece (ecruisare) puternică a materialului: tăierea cu foarfeca, cu dalta, cu flacăra de gaze etc.

Se va utiliza detaşarea la strung, prin rabotare, ferăstruire. Dacă e vorba de un aliaj foarte dur (oţel călit, fontă albă etc.) se va tăia cu un disc abraziv subţire de carborundum sau corindon. Se va avea grijă să nu se încălzească materialul prin tăiere.

3.1.3. Forma şi mărimea probei

In mod obişnuit probele în formă paralelipipedică sau cilindrică vor avea o mărime de 1-3 cm^3, înălţimea pe cît se poate 1-2 cm. Aceasta, pentru ca aşezarea pe măsuţă să fie uşoară, stabilitatea bună, să avem o porţiune suficientă de suprafaţă şlefuită pentru o apreciere de ansamblu.

O probă prea mică necesită dispozitive speciale de prins atît la şlefuire cît şi la aşezare pe microscop, o probă prea mare ne dă greutăţi la şlefuire. In fig.3.1 sînt reprezentate dimensiunile optime.

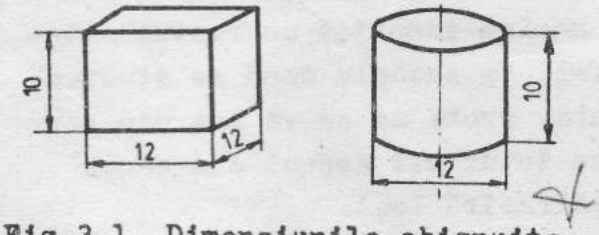


Fig.3.1. Dimensiunile obişnuite ale probelor metalografice

Cînd sîntem nevoiţi să şlefuim probe de dimensiuni mici, care nu pot fi ţinute cu mîna, acestea vor fi montate pe cleme

Marginile suprafeţei şlefuite se rotunjesc, pentru a nu se distruge mai tîrziu pînza discului de lustruit (fig.3.3,a). Numai în cazul cînd ne interesează structura în imediata apropiere a suprafeţei (determinarea grosimii stratului cementat, nitrurat etc.) lăsăm marginile nerotunjite (fig.3.3,b).

Fig.3.3. Marginile suprafeţei probelor

3.2. SLEFUIREA

Slefuirea probelor se poate face cu mîna prin mişcări de translaţie (frecare) pe o hîrtie de şlefuit (şmirghel) aşezată pe o placă de sticlă. Azi se execută exclusiv mecanic, la o maşină de şlefuit pe un disc acoperit cu hîrtie de şlefuit şi rotit de la un motor electric. Se utilizează succesiv hîrtii de şlefuit de diferite granulaţii, începînd de la cea mai grosolană la cea mai fină. Ele se notează conform STAS 1753-76 după mărimea liberă a ochiului: granule (în sutimi de mm) cu 25, 20, 16, 12, 10, 8, 6, 5, 4; micropulberi (în micrometri) cu M 40, M 28 etc. O altă soluţie e cea după numărul de ochiuri pe ţol liniar (60, 70, 80, 100, 120, 150, 150, 230, 280, 320, 400 etc.).

In tabelul 3.2 este dată corespondenţa pentru aceste notaţii ale granulaţiei abrazivului (electrocorund, carbură de siliciu) pe suport (hîrtie sau pînză).

Operaţia cu fiecare hîrtie durează pînă cînd urmele precedentei hîrtii au dispărut complet. Pentru a se observa mai uşor dispariţia zgîrieturilor (rizurilor) hîrtiei precedente, la fiecare hîrtie nouă direcţia şlefuirii se ia perpendicular pe cea anterioară.

Proba se ţine cu mîna astfel ca să se obţină o suprafaţă perfect plană. Se va evita încălzirea şi oxidarea piesei prin o apăsare prea puternică, eventual se va răci din cînd în cînd cu apă. Ţinînd piesa în mînă nu se va suporta mai mult de 50-60 °C.

Intre hîrtiile de diferite granulaţii se va spăla proba. După ultima şlefuire spălarea va fi foarte îngrijită pentru a nu se duce grăunţi abrazivi grosolani pe postavul de lustruit şi a se provoca zgîrieturi la finisare.

fixe (fig.3.2,a) sau într-un cadru oarecare (bucată de ţeavă sau metal) prin intermediul unui material liant (fig.3.2,b,c).

Se lucrează astfel cu plăci subţiri, sîrme, care pot fi şlefuite şi îndoindu-le în formă de U. In cazul înglobării prin presare în material liant, se utilizează sulf, ciment de magnezie, răşini sintetice (bachelită), materiale plastice sau aliaje uşor fuzibile (plumb, babbit, aliaj Wood etc.). In tabelul 3.1 este dată compoziţia principalelor aliaje uşor fuzibile şi temperatura lor de topire.

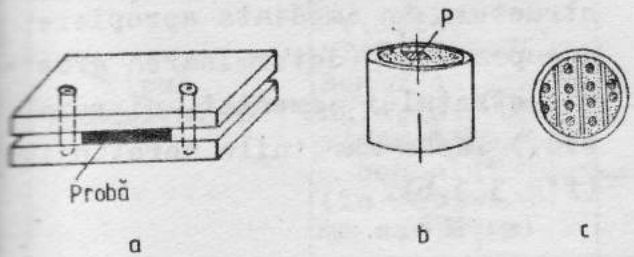


Fig.3.2. Montarea probelor metalografice
a-cu clemă; b şi c - prin înglobare

Tabelul 3.1

Aliaje uşor fuzibile

Compoziţie %				Temperatura de topire °C
Bi	Cd	Pb	Sn	
50	12,5	25	12,5	76
52,5	-	31,5	16	96
50	10	27	13	70
-	18	32	50	124

3.1.4. Pregătirea probei pentru şlefuire

Pregătirea pentru şlefuire are loc cu pila sau la o piatră de polizor, nivelîndu-se o suprafaţă cît se poate de paralelă cu faţa opusă a probei. La această operaţie trebuie avut grijă ca piesa să nu se deformeze sau să se încălzească, mai ales în cazul metalelor puternic deformate la rece sau tratate termic, fiindcă uşor se produce o modificare a structurii originale. De aceea proba se ţine cu mîna şi se răceşte din cînd în cînd în apă.

La microscoapele cu măsuţă superioară (tip Le Chatelier), nu e necesară formarea a două suprafeţe perfect paralele, deoarece simpla aşezare a probei cu suprafaţa şlefuită în jos, permite dispunerea sa perpendicular pe axul optic al obiectivului.

Tabelul 3.2

Corespondenţa notaţiilor pentru granulaţia abrazivului pe suport

Tipul abrazivului	Notaţie STAS 1753-76 Număr de granulaţie: mărimea liberă a ochiului (în sutimi de mm sau M μm)	Ochiuri pe ţol liniar	Observaţii
Granule	25	60	fine
	20	70	
	16	80	
	12	100	
	10	120	
	8	150	foarte fine
	6	180	
	5	230	
	4	280	
Micropulberi	M 40	320	extrafine
	M 28	400	
	M 20	500	
	M 14	600	
	M 10	700	
	M 7	800	
	M 5	900	

Hîrtia de şlefuit se fixează în mod obişnuit pe disc cu un inel de strîngere, putîndu-se schimba astfel diferite hîrtii. Ea se poate şi lipi cu clei, în care caz trebuie să existe pentru fiecare hîrtie alt disc. Discul se încălzeşte înaintea lipirii pentru a împiedeca solidificarea rapidă a cleiului, apoi uscarea se face într-o presă.

Viteza periferică a discului se ia:

- sub 10 m/s pentru materiale dure;
- sub 5 m/s pentru materiale moi.

Maşina din laborator are patru discuri acţionate independent.

3.3. LUSTRUIREA

Lustruirea are ca scop îndepărtarea ultimelor urme ale şlefuirii şi formarea unui luciu perfect probei şlefuite.

Ea se realizează pe un disc cu turaţie mai mare decît la şlefuire (viteză periferică 15-20 m/s) pe care este fixat un postav de lînă merinos (pîslă) sau fetru. Postavul e umezit continuu prin stropire sau pulverizare cu suspensia unui abraziv fin în apă. Altfel, prin lustruire uscată suprafaţa lucioasă a piesei ar căpăta o coloraţie brună datorită unei pelicule superficiale de oxid, coloraţie care se îndepărtează greu (prin o nouă şlefuire).

In mod curent se utilizează suspensie fină de alumină (Al_2O_3) în apă foarte puţin acidulată cu cîteva picături de acid azotic într-un litru de suspensie. Suspensia originală trebuie dizolvată în apă după prescripţiile fabricii furnizoare.

Suspensiile de alumină sînt de trei feluri, clasele depinzînd de mărimea grăunţilor obţinuţi prin sedimentare fracţionată. Astfel, nr.1 mai grosolană pentru metale mai dure, nr.2 de o fineţe mijlocie pentru metale cu duritate mijlocie şi nr.3 pentru metale moi (neferoase). Clasele de alumină se deosebesc după culoarea etichetei de pe sticlă: albă, albastră şi roz (cea mai fină) sau eventual apa din sticlă e colorată.

Proporţia oxidului în apă e cca 1:20, o suspensie mai diluată prelungind durata de lustruire, iar una e mai concentrată, formînd locuri unsuroase pe pîslă, care trebuie astfel spălată mai des.

Se mai utilizează suspensii de oxid de crom (Cr_2O_3) pentru oţeluri mai dure, oxid de fier (Fe_2O_3) - pulbere de hematită), oxid de magneziu (MgO), pulbere de diamant etc. Pulberea de diamant sintetic "Dacia" cu granulaţie 0,5-1,0 m se livrează în flacoane ("Dia-Jet"), împreună cu diluant în flacoane ("Dilo-Jet").

La lustruire piesa e ţinută în mînă şi se face o mişcare circulară a sa, combinată cu o apăsare uşoară. După cca 5 min lustruirea trebuie să fie terminată, ceea ce se controlează la microscop (imaginea complet lipsită de zgîrieturi).

La o lustruire prea lungă, structura apare în relief, constituenţii structurali mai moi fiind adînciţi în suprafaţă.

După lustruire proba se spală în apă curgătoare şi imediat în alcool etilic şi se usucă prin atingerea uşoară (fără frecare) cu o pînză moale, uscată, bine spălată anterior.

Proba astfel pregătită e bună pentru stabilirea incluziunilor nemetalice (zgură, oxizi, sulfuri, grafitul în fontă etc.) ca şi a defectelor (retasuri, fisuri etc.). Aceasta deoarece părţile citate sînt singurele care apar negre (nu reflectă lumina) în cîmp luminos.

Probele se păstrează în exicatoare, pentru a nu se oxida suprafaţa lustruită din cauza umezelii din aer.

Fizic, lustruirea e cu totul diferită de şlefuire. Ea nu are un efect de abraziune ci unul de curgere a metalului de la suprafaţă, curgere care acoperă asperităţile (rizuri) şi structura (astupă spaţiile intergranulare). Acest strat fin de metal deformat, ecruisat (stratul lui Beilby), dă aspect de oglindă suprarafeţei.

In fig.3.4. se vede suprafaţa unei probe metalografice de oţel în diferite stadii ale confecţionării.

In laboratorul de pregătirea probelor, lustruirea mecanică se execută cu o maşină cu două discuri sau cu două aparate de lustruit Montasupal (Row Rathenow R.D.G.), fiecare avînd trei suporţi cu cîte trei probe. Probele pot fi fixate cu apăsare reglabilă pe discul cu pîslă şi execută o mişcare de rotaţie cu suportul.

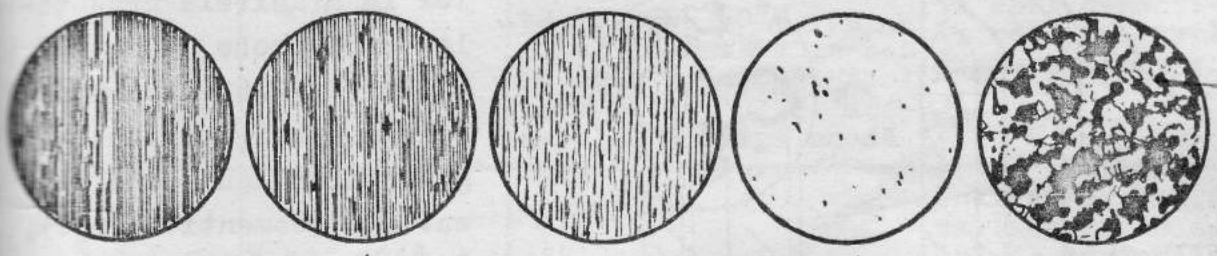


Fig.3.4. Suprafaţa unei probe metalografice în diferite faze de pregătire
a,b,c - şlefuire cu hîrtie de şlefuit 100, 320 şi 500; d-lustruire; e-atac chimic

3.4. ATACAREA PROBEI

Uneori pot apărea constituenţi coloraţi de structură şi în probele neatacate: Mg_2Si albastru, Cu_2Sb violet, CuO albastru-verde etc.

De asemenea la aliajele cu constituenţi de duritate foarte neegală structura poate apare prin simplă lustruire (aliaje antifricţiune).

In general însă, structura metalului apare prin atacare cu diferiţi reactivi, pe două căi:

- ca urmare a dizolvării stratului Beilby;
- prin colorarea diferiţilor constituenţi structurali (formare de oxizi), ceea ce permite distingerea lor, uneori identificarea lor.

Atacarea se face prin introducerea probei, apucată cu un cleşte, cu suprafaţa lustruită în reactiv şi mişcarea ei pînă se observă o dispariţie a luciului original. Apoi se spală în apă, alcool şi se usucă după cum s-a descris mai sus.

In loc de cufundare se poate folosi şi o bucată de vată muiată în reactiv, cu care se şterge uşor suprafaţa lustruită.

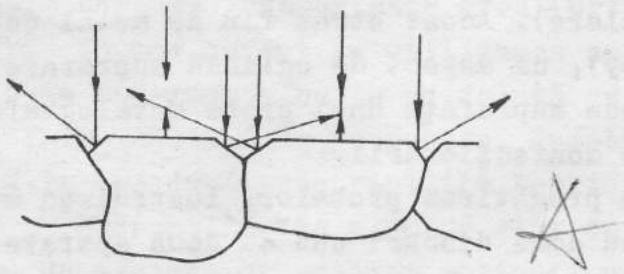


Fig.3.5. Reflexia razelor pe o probă metalografică

Durata atacului variază de la cîteva secunde la mai multe minute. Ea se stabileşte numai prin încercări repetate şi observări la microscop.

In fig.3.5 se vede schema reflexiei razelor de lumină şi împrăştierea lor la graniţele grăunţilor unei probe atacate.

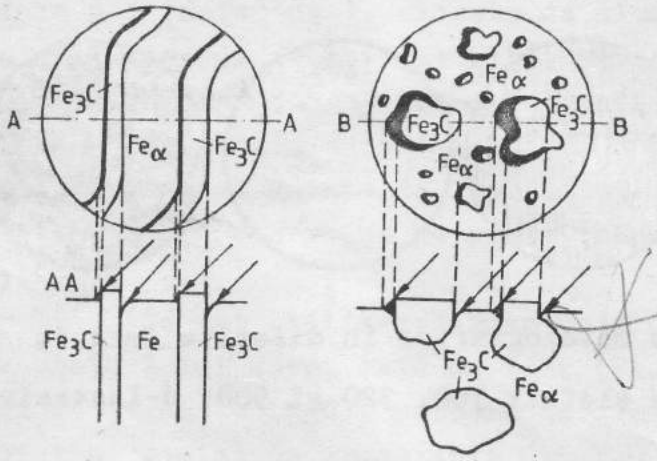


Fig.3.6. Apariţia limitelor grăunţilor unui constituent mai dur

In fig.3.6 este redată schema apariţiei limitelor grăunţilor unui constituent dur (cementită Fe_3C), într-o structură (perlită). Se văd umbrele create de denivelarea prin şlefuire, care dau aspectul perlitei lamelare şi globulare.

Colorarea constituenţilor structurali are loc atît prin atac obişnuit cît şi prin încălzirea probei sau combinat (atac termic sau prin culori de revenire, vezi tabelul 3.3).

Reactivii metalografici sînt extrem de numeroşi. Ei diferă după natura aliajului şi scopul special al atacului. Majoritatea sînt soluţii de acizi în alcool, avînd o mai mare aderenţă de metale decît soluţia apoasă.

Cei mai întrebuinţaţi reactivi în cercetarea microscopică sînt daţi în tabelele 3.3, 3.4 şi 3.5.

Tabelul 3.3

Reactivi pentru examinarea microscopică a fontelor, oţelurilor carbon şi oţelurilor slab aliate

Nr. crt.	Reactiv	Compoziţie	Condiţii de utilizare	Destinaţie
0	1	2	3	4
1	Nital	1-5 cm^3 acid azotic 99-95 cm^3 alcool etilic	Durata de atac: de la cîteva secunde la cîteva minute	Toate aliajele Fe-C, tratate şi netratate termic
2	Picral	5 g acid picric 100 cm^3 alcool etilic	Se recomandă un atac preliminar cu Nital	Toate aliajele Fe-C în special pentru structuri cu cementită fin dispersată
3	Picrat de sodiu alcalin	5 g acid picric 25 g hidroxid de sodiu 100 cm^3 apă	Soluţia se fierbe 30 minute. Atacul la cald (90°C) timp de 5-10 minute	Colorează cementita diferenţiind-o de ferită. Se utilizează proaspăt preparat
4	Atac prin culori de revenire		Proba lustruită este încălzită cîteva minute la 250-350°C pe placă de încălzire sau în baie de nisip. Apoi este răcită prin aşezare pe o cîrpă umedă	La început se colorează perlita apoi cementita şi la urmă fosfura de fier
5	Villela	5 cm^3 acid clorhidric 1 g acid picric 100 cm^3 alcool etilic		Pune în evidenţă mărimea grăuntelui de austenită în oţelurile călite şi îmbunătăţite (cel mai bine la martensită revenită 15 minute la 200 - 250°C
6	Soluţia de clorură ferică	20 g clorură ferică 60 cm^3 alcool etilic 40 cm^3 apă		Idem

Tabelul 3.3 (continuare)

0	1	2	3	4
7	Soluţia de fericiantură de potasiu	10 g fericiantură de potasiu 10 g hidroxid de sodiu 100 cm^3 apă	Durata atacului: 20 minute. Se utilizează proaspăt preparat	Determinarea fosfurii de fier în fontele cenuşii. Colorează fosfura de fier, nu colorează cementita
8	Hipobromit	Soluţia A: 15 g bromură de potasiu 30 cm^3 apă 15 g brom Soluţia B: 20 g hidroxid de sodiu 50 g apă	Se amestecă cele două soluţii în momentul întrebuinţării. După 3-5 minute de atac, se spală cu apă amoniacală	Colorează fosfu de fier în albas tru şi uneori în kaki şi pune în evidenţă constituţia eutecticului fosforos

Tabelul 3.4

Reactivi pentru examinarea microscopică a oţelurilor înalt aliate

Nr. crt.	Reactiv	Compoziţie	Condiţii de utilizare	Destinaţie
0	1	2	3	4
1	Apă regală	10 cm^3 acid azotic 20-30 cm^3 acid clorhidric 20-30 cm^3 glicerină	Durata de atac: 30 secunde la 2 minute	Oţeluri inoxidabile (crom, cro nichel şi cro mangan-nichel) ş oţeluri manganoa se
2	Murakami	10 g fericiantură de potasiu 10 g hidroxid de potasiu 100 cm^3 apă	Se utilizează proaspăt preparat în stare de fierbere. Durata de atac 2 la 10 minute	Pune în evidenţă carburile de cr şi de wolfram (o ţeluri refractar rapide, inoxidabi le). Atacă cemen tita (oţeluri carbon)
3	Acid azotic	5-10 cm^3 acid azotic 95-90 cm^3 alcool etilic		Structura genera lă a oţelurilor rapide. Oţeluri manganoase

Tabelul 3.4 (continuare)

0	1	2	3	4
4	Groesbeck	4 g permanganat de potasiu 4 g hidroxid de sodiu 100 cm^3 apă	Atac: 1-5 minute la 70°C	Oţeluri inoxidabile. Austenita neatacată, ferita atacată puternic, faza σ atacată moderat
5	Acid azotic cu acid fluorhidric	20 cm^3 acid fluorhidric 10 cm^3 acid azotic 20-40 cm^3 glicerină	Atacul variază după conţinutul de glicerină	Oţeluri silicioase
6	Acid clorhidric cu acid azotic	3 părţi acid clorhidric 1 parte acid azotic	Soluţia se foloseşte după 24 ore de la preparare. Durata de atac 30-60 secunde	Oţeluri inoxidabile

Tabelul 3.5

Reactivi pentru examinarea microscopică a metalelor şi aliajelor neferoase

Nr. crt.	Reactiv	Compoziţie	Condiţii de utilizare	Destinaţie
1	Clorură cuprică amoniacală	5 g clorură cuprică 120 cm^3 apă	Se adaugă amoniac pînă cînd precipitatul format se dizolvă. Durata de atac 30-60 secunde (prin frecare cu vată îmbibată)	Cupru şi aliaje de cupru
2	Clorură ferică	5 g clorură ferică 50 cm^3 acid clorhidric 100 cm^3 apă		Cupru şi aliaje de cupru
3	Perclorură de fier în alcool	3,5 g perclorură de fier 25 cm^3 acid clorhidric (22°B) 75 cm^3 alcool etilic (95°)	Atac prin imersiune timp de 30 secunde la 1 minut	Cupru şi aliaje de cupru

Tabelul 3.5 (continuare)

0	1	2	3	4
4	Persulfat de amoniu	10 g persulfat de amoniu 90 cm^3 apă	Se prepară proaspăt înainte de utilizare. Atac la rece sau la cald	Cupru şi aliaje de cupru. Faza β nu este atacată
5	Acid fluorhidric	0,5 cm^3 acid fluorhidric 40 % 100 cm^3 apă	Se freacă suprafaţa 15 secunde cu vată îmbibată	Aliaje de aluminiu (reactiv general)
6	Nitrat feric	25 % nitrat feric 100 cm^3 apă	Se freacă suprafaţa 30 secunde cu vată îmbibată	Aliaje de aluminiu. Permite diferenţierea constituentului Al_2Cu pe care îl colorează cafeniu. Nu atacă în general ceilalţi constituenţi
7	Acid sulfuric	20 % acid sulfuric 100 cm^3 apă	Atac prin imersiune 30 secunde la 70°C	Aliaje de aluminiu. Pune în evidenţă constituenţii conţinînd fier care sînt coloraţi în negru sau cafeniu
8	Hidroxid de sodiu	1 g hidroxid de sodiu 100 cm^3 apă	Se prepară proaspăt înainte de utilizare. Se freacă suprafaţa 10 secunde cu vată îmbibată	Aluminiu. FeAl se colorează cafeniu
9	Heller	1 cm^3 acid fluorhidric 1,5 cm^3 acid clorhidric 2,5 cm^3 acid azotic 95 cm^3 apă	Atac prin imersiune 10-20 secunde, apoi spălare cu apă caldă	Aliaje de aluminiu (duraluminuri)
10	Acid oxalic	2 g acid oxalic 100 cm^3 apă	Atac prin frecare 2-5 secunde cu vată îmbibată	Magneziu şi aliaje de magneziu (Mg - Mn)
11	Clorură ferică	10 g clorură ferică 2 cm^3 acid clorhidric 95 cm^3 apă	Durata de atac 30 secunde la 5 minute	Aliaje de staniu (Babit 83)

Tabelul 3.5 (continuare)

0	1	2	3	4
12	Nital	1-5 cm^3 acid azotic 99-95 cm^3 alcool etilic	Soluţia slabă pentru aliajele bogate în staniu şi cele de zinc, soluţia de 5 % pentru aliajele pe bază de plumb	Staniu, plumb şi aliajele lor. Aliaje de zinc
13	Acid clorhidric	5 % acid clorhidric în apă sau alcool etilic	Durata de atac: 1-10 minute	Aliaje de zinc. Staniu (soluţia în alcool)

3.5. LUSTRUIREA ELECTROLITICA

Lustruirea electrolitică este azi larg utilizată în metalografie. Introducerea acestui procedeu (1935) ca şi aplicarea sub diferite forme şi dezvoltarea lui considerabilă sînt datorate lui P.A.Jacquet.

La lustruirea electrolitică, proba metalică este legată ca anod al unui circuit electric de electroliză şi nivelarea, pierderea de metal anodică, este astfel condusă prin alegerea condiţiilor de lucru (compoziţia electrolitului, densitatea de curent, viteza mişcării electrolitului şi temperatura lui, durata) încît o suprafaţă şlefuită anterior numai grosolan este nivelată şi lustruită prin dizolvarea vîrfurilor şi ridicăturilor microprofilului.

Efectul de lustruire este determinat de formarea unui strat de produse de dizolvare pe suprafaţa metalului, strat cu o rezistenţă specifică mai ridicată decît restul electrolitului. Peste ridicăturile microprofilului el este mai subţire decît peste adîncituri şi deci acolo acţionează o densitate mai mare de curent, producîndu-se nivelarea suprafeţei.

Prin schimbarea condiţiilor încercării şi anume în special prin micşorarea densităţii de curent anodice se poate realiza şi atacul electrolitic, un atac selectiv la limitele grăunţilor şi apoi pe suprafaţa constituenţilor structurii.

Avantajele principale ale lustruirii electrolitice sînt:

- durată considerabil mai redusă decît la lustruirea mecanică (în unele cazuri cca 30 s);
- simplitate şi rezultate reproductibile dacă se menţin condiţiile standard de tensiune, densitate de curent, temperatură şi compoziţie a electrolitului). La lustruirea mecanică, calitatea lustruirii depinde în mare măsură de calificarea personalului;

- universalitatea procedeului. Este aplicabilă la toate metalele pure, aliajele omogene şi pentru majoritatea aliajelor eterogene, la care constituenţii izolaţi sînt aproape la fel dizolvaţi (de exemplu oţelurile). Se pot lustrui în mod excepţional mici suprafeţe, aplicînd tehnica "microlustruirii" ca şi mari piese de forme complicate. Metoda este utilizată şi local (cu tampon) şi combinată cu luarea de replici (amprente), deci în metalografia nedistructivă;

- asigură obţinerea suprafeţelor lustruite fără stratul deformat (ecruisat) de la lustruirea mecanică şi care nu este eliminat complet prin atacul ulterior. Aceasta este deosebit de important în cazul metalelor moi (plumb, staniu) şi în cazul oţelurilor inoxidabile şi refractare, ale căror probe se lustruiesc greu mecanic;

- se obţine o suprafaţă curată fără impurificări de la mediul de lustruire şi fără încălzirea piesei.

Procedeul cere însă un control riguros al temperaturii băii, al tensiunii şi al densităţii curentului de electroliză. Ca exemplu de materiale care nu se lustruiesc bine electrolitic sînt fonta cenuşie şi aliajele cu conţinut ridicat de siliciu. La lustruirea fontei cenuşii grafitul nu este atacat şi rămîne în relief. Aici e de aplicat "lustruirea mixtă" adică constituenţii structurali neatacaţi electrolitic vor fi nivelaţi printr-o scurtă lustruire mecanică ulterioară. In acelaşi scop se utilizează şi lustruirea combinată, concomitentă, mecanică-electrolitică (metoda Reinacher).

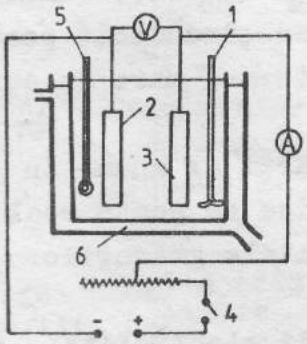


Fig.3.7. Instalaţie cu celulă pentru lustruire electrolitică (schemă)
1-amestecător; 2-catod; 3-anod (probă); 4-întrerupător; 5-termometru; 6-vană de răcire

In fig.3.7 este arătată schema instalaţiei cu celulă pentru lustruirea electrolitică de laborator, cu circuit în serie pentru densităţi mari de curent. Pentru densităţi mici de curent se utilizează un circuit potenţiometric. Tensiunea este realizată cu un redresor cu tensiune stabilizată (eventual cuplat cu un autotransformator).

Cel mai cunoscut aparat "Disa Electropol" (fig.3.8) comportă următoarele perfecţionări: circulaţia electrolitului - proba este

aşezată pe o ferăstruie de 1cm^2 sub care circulă electrolitul, răcirea electrolitului. Aparatul Bühler este asemănător.

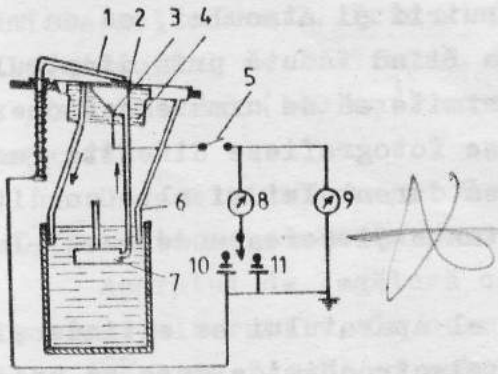


Fig.3.8. Schema aparatului "Disa Electropol"
1-anod; 2-probă; 3-catod; 4-rezervor; 5-întrerupător cu mecanism de ceasornic; 6-tub pentru prea plin; 7-pompă; 8- ampermetru; 9-voltmetru; 10-tensiune pentru lustruire (150 V); 11-tensiune pentru atac (15 V)

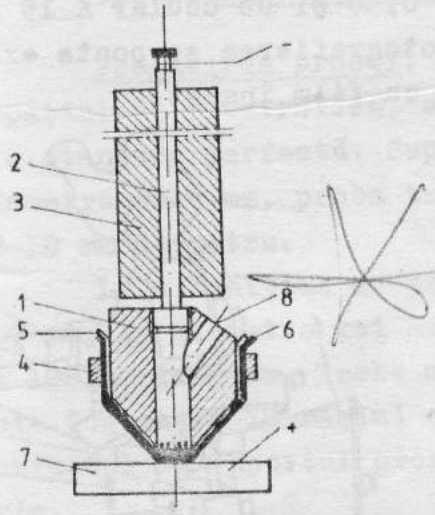


Fig.3.9. Tampon pentru lustruire electrolitică
1-catod masiv din oţel inoxidabil găurit central cu 12 orificii mici la extremitatea inferioară; 2-tijă înşurubată în catod; 3-mîner izolant; 4-inel de strîngere a ţesăturilor pe catod; 5 şi 6-ţesături fine din fibre sintetice (tergal); 7-piesă de lustruit; 8-orificiul lateral pentru introducerea electrolitului

Lustruirea electrolitică obişnuită care se limitează la suprafeţe mici pentru a evita încălzirea, prezintă şi inconveniente: atacul incluziunilor şi eterogenităţilor de structură, lustruire preferenţială a marginilor porilor şi fisurilor (de unde rotunjirea limitelor lor). De aceea s-a realizat un aparat de microlustruire rapidă (Knuth şi Winterfeld) numit "Micropol". Vîrful pipetei stă pe suprafaţa prelucrată grosolan a piesei. Electrolitul se scurge pe această suprafaţă şi lustruirea este limitată la o zonă foarte îngustă.

Tehnica lustruirii electrolitice cu tampon (P.A.Jacquet) extinde metalografia în domeniul încercărilor nedistructive ale metalelor adică respectă integritatea piesei oricare ar fi forma şi mărimea ei, evident înţelegîndu-se că observarea nu interesează decît la suprafaţă.

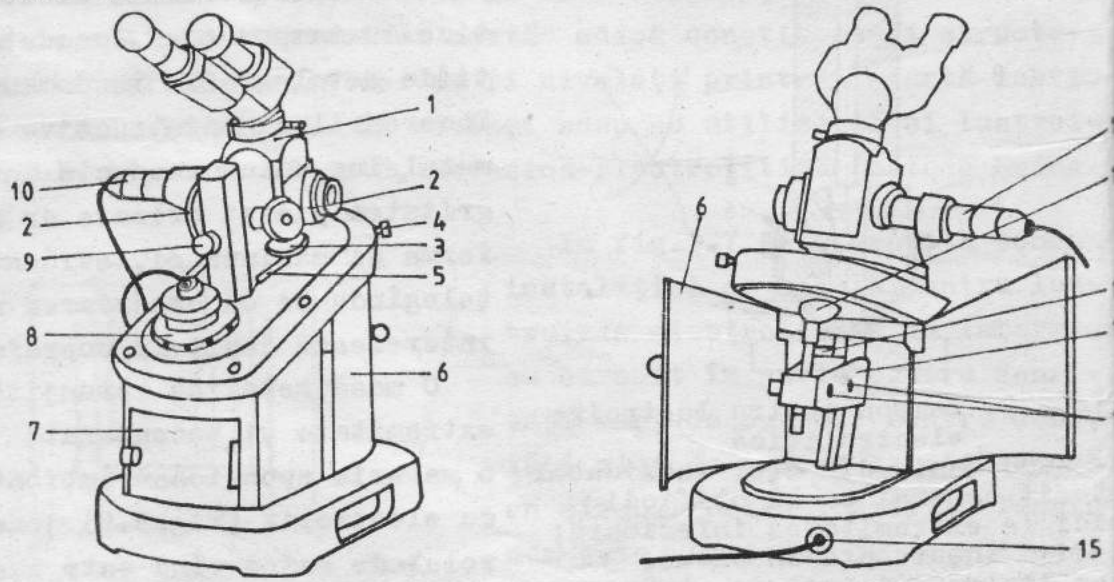
O masă metalică rotunjită la extremitate şi înconjurată cu o materie spongioasă îmbibată cu electrolit (fig,3.9) joacă rolul de catod cînd este aşezată pe piesa funcţionînd ca anod, zona de contact fiind de ordinul 1 cm^2.

3.5.1. Aparatul Zeiss "Elypovist"

Acest aparat de lustruire electrolitică permite să se u mărească treptat progresul lustruirii şi atacului, cu un microsco plasat deasupra băii, observarea fiind făcută prin dioptrul aer - soluţie electrolitică. Metoda permite să se urmărească operaţia, să se oprească după voinţă, să se fotografieze diferite faze şi se regleze după voie intensitatea curentului şi alte condiţii. D pozitivul nu dă imagini contrastante şi corespunde numai la mări mici.

Domeniul de utilizare al aparatului se extinde şi la serbarea reacţiilor chimice sau electrochimice care se produc în tr-o soluţie pe o suprafaţă metalică. Astfel, la controlul băilo de lustruire, în galvanotehnică, la depunerea catodică, la obser rea oxidării anodice a aluminiului şi aliajelor sale, a fosfatăr oţelului, a mersului coroziunii etc.

Aparatul constă deci dintr-o combinaţie de celulă elect litică şi microscop. Microscopul utilizat (Zeiss-Epignost) este prevăzut cu un apocromat 15 x, A = 0,30 şi un ocular K 15 x, rez tînd o mărire de cca 200:1. Microfotografierea se poate executa camera 6,5 x 9 cm sau cu un aparat cu film îngust.



a) b)

Fig.3.10. Aparatul de lustruire "Elypovist"
1-microscop Epignost; 2-acţionarea microscopului; 3-catod şi pro ţie pentru obiectiv; 4-şurub pentru catod; 5-pîrghie pentru reţi rea electrolitului; 6-uşă la suportul probei; 7-uşă la recipient cu electrolit; 8-pompă; 9-şurub de fixare al microscopului; 10-s sa de lumină a microscopului; 11-probă metalică; 12-poanson de sare a probei; 13-suportul probei; 14-şuruburi; 15-cablul circui lui de lustruire

Microscopul este aşezat pe coloana corpului principal al aparatului, fiind fixat prin strîngerea şurubului 9 (fig.3.10). Catodul 3 se montează dacă microscopul este ridicat prin rotirea tamburului de acţionare 2. Prin strîngerea şurubului 4 se obţine legătura la circuitul de lustruire. Recipientul pentru electrolit se umple pînă la semn (140 cm^3) cu soluţie şi este introdus prin uşa 7 în aparat.

Dispozitivul pompei 8 se introduce în locaş şi prin rotire la dreapta se aduce în poziţia de lucru.

Aparatul de legătură cu reţeaua este prevăzut pentru 220 V curent alternativ, la conectare toate întrerupătoarele fiind deschise (poziţia "Aus") şi ambele tambure de reglare întoarse la stînga. Cuprinde transformatori, redresor etc., pentru alimentarea circuitului de lustruire, a pompei şi a iluminării microscopului.

In circuitul de electroliză tensiunea continuă este reglabilă în domeniile 0-15 V şi 0-60 V, iar curentul poate fi măsurat în domeniile 0-100, 0-500 şi 0-1000 mA.

3.5.2. Lustruirea şi atacul probelor

Pregătirea probei. Deoarece proba închide în partea de jos spaţiul de electroliză, ea trebuie astfel pregătită ca să asigure o etanşare perfectă. Suprafaţa lustruită fiind circulară, cu un diametru de 6 mm, proba trebuie să aibă o suprafaţă şlefuită de cca 8-10 mm diametru.

La o înălţime a probei de 30 mm, diametrul maxim poate fi 100 mm, la diametre mai mici (cca 70 mm) se pot apăsa probe pînă la 100 mm lungime. Probe mai mici, ca sîrme subţiri, table etc., trebuie înglobate în răşini obişnuite epoxidice, realizîndu-se însă contactul la suportul probei, pentru închiderea circuitului electric.

Slefuirea preliminară a probelor este pînă la granulaţia 240-320 (5 - M40) la metale pure, aliaje omogene şi cele mai multe oţeluri şi 400 - 600 (M28 - M14) pentru aliaje eterogene ca bronzuri roşii sau oţeluri rapide care se pot lustrui electrolitic numai scurt timp.

Proba 11 este presată de poansonul de presare 12 pe deschidere. La montarea şi fixarea ei serveso şuruburile 14.

Punerea în funcţiune şi executarea lucrării

Se pune în funcţiune pompa pentru electrolit, tensiunea în circuitul motorului reglîndu-se aşa ca electrolitul să spele

uniform suprafaţa probei (normal 12-14 V). Pompa nu e voie să funcţioneze fără soluţie electrolitică sau lichid de spălare.

Se verifică curentul de electrolit sub fereastra de sticlă a catodului, prin ridicarea acestuia după ce şurubul 4 a fost slăbit. Dacă soluţia curge fără bule se scufundă din nou catodul şi prin strîngerea şurubului se restabileşte contactul. Observarea aceasta este uşurată prin conectarea luminii microscopului.

Se controlează etanşarea probei pentru a se evita scăpările de electrolit.

Microscopul este adus prin mişcarea tamburului 2 în poziţia de observare, reglîndu-se pe suprafaţa probei. Pentru a începe lustruirea se închide întrerupătorul circuitului de lustruire şi cu tamburul se reglează tensiunea la valoarea dorită concomitent cu observarea microscopică. Tensiunea de lustruire şi curentul respectiv se pot citi la un voltmetru şi la un ampermetru, în domeniile date mai sus, utilizîndu-se două întrerupătoare cu 2 respectiv 3 poziţii.

Pentru lustruire sau atac de scurtă durată se poate utiliza un întrerupător auxiliar cu buton (taster).

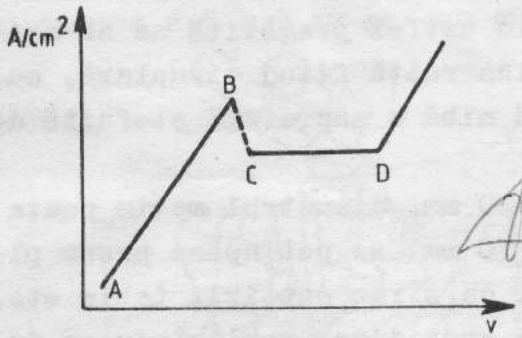


Fig.3.11. Variaţia densităţii de curent cu tensiunea (Jacquet)

3.5.3. Exemple de utilizare

Alamă (63 % Cu). Electrolitul utilizat este acidul fosforic (tabel 3.6). Mersul lustruirii se poate urmări pe curba densitate de curent-tensiune (Jacquet), prezentată schematic în fig.3.11. Circuitul de lustruire este conectat şi se măreşte continuu tensiunea prin rotirea tamburului de reglare a tensiunii şi curentului circuitului de lustruire. In porţiunea AB se formează un strat de produse de reacţie închise la culoare, strat care între B şi C se distruge şi este spălat de curentul de electrolit. Intre C şi D are loc nivelarea suprafeţei şi lustruirea, corespunzînd o tensiune de 2,2 V şi o intensitate de 60 mA. După circa un minut suprafaţa este practic netedă şi lustruită.

Pentru atac electrolitic tensiunea trebuie micşorată în astfel apar întîi limitele grăunţilor; în sfîrşit are loc atacarea selectivă a suprafeţei grăunţilor. Durata atacului la 1,5 V şi 50

este de cca 5 secunde. Dacă proba este prea atacată (întunecată) va trebuie din nou lustruită prin tensiune mai înaltă şi apoi din nou atacată.

Dacă tensiunea se ridică peste punctul D (aproximativ peste 2,5 V) se ajunge în domeniul degajării oxigenului în bule, care se depun pe suprafaţă şi împiedică lustruirea.

Cuprul depus la catod în timpul electrolizei se îndepărtează prin spălare sau scurtă scufundare în acid azotic semiconcentrat.

Oţel carbon de îmbunătăţire (OLC 60). Se utilizează electroliţi conţinînd acid percloric (tab.3.6) cu o conductivitate mai redusă. De aceea se alege domeniul de tensiune 0 - 60 V, lustruirea avînd loc între 20 şi 60 V. De exemplu tensiune 30 V, intensitate descrescătoare de la 180 la 120 mA. După o preşlefuire cu hîrtie 320 se obţine în 30 secunde suprafaţa lustruită.

Pentru atac, circuitul de lustruire este întrerupt, tamburul de reglare a tensiunii întors la stînga pînă la refuz şi se conectează domeniul 0 - 15 V. Limitele grăunţilor şi atacul lor are loc la tensiune crescătoare; la 1,5 V, 20 mA, durata e cca 3 secunde. Un atac se poate executa în acid percloric şi fără curent, electrolitul curgînd doar peste probă.

După atac aducerea la zero a tensiunilor circuitelor motorului şi de lustruire, şi deconectare, proba se scoate, se spală cu apă şi apoi alcool şi se uscă.

In tabelul 3.6 se dau cei mai importanţi electroliţi recomandaţi de Zeiss-Jena. In STAS 4203-74 se recomandă electrolitul pe bază de acid sulfuric şi alcool metilic şi etilic pentru lustruirea şi atacul oţelurilor carbon şi aliate. De asemenea pentru punerea în evidenţă a carburilor din oţelurile inoxidabile se recomandă acidul oxalic sau anhidrida cromică (10 g în 100 cm^3 apă).

In laboratorul de pregătirea probelor metalografice, lustruirea electrolitică se poate executa şi cu aparatul Metapolyt (Row Rathenow) similar lui Disa-Electropol; de asemenea cu aparatul Metapolan 2 (Row Rathenow) pentru lustruirea combinată mecanică-electrolitică (după Reinacher). Cele patru probe sînt montate într-un suport şi se deplasează datorită vibrării mesei pe care este fixată pîsla îmbibată cu electrolit. Circuitul electric este realizat prin suportul cu probe (anod), pîslă şi măsuţă (catod).

Tabelul 3.6

Electroliţi pentru lustruirea electrolitică şi condiţii de lucru

Nr.	Compoziţia	Circuitul de lustruire		Durata de lustruire s	Utilizare	Observaţii
		Tensiune V	Intensitate mA			
1	Acid fosforic 45 %	2,2	50...60	30...60	Cupru, alamă, bronz roşu, bronz de aluminiu şi de beriliu	La tensiunea peste 2,5 V se dezvoltă oxigen
2	Acid percloric (dens 1,2) 200 cm^3 Alcool etilic (96 %) 700 cm^3 Etilenglicol monobutileter (butilcelosolve) 100 cm^3	30 (20...60)	180 120-400	30	Oţel moale, oţel cu siliciu, oţeluri carbon, oţeluri aliate, oţeluri rapide, oţeluri austenitice, cadmiu, zinc, staniu, nichel, cobalt, plumb, zirconiu, uraniu, aliaje refractare Ni-Cr, beriliu (aliaje de aluminiu)	Electrolit universal (în afară de cupru şi aliaje). In loc de butilcelosolve, se poate utiliza glicerină cu rezultate mai puţin bune
3	Acid percloric (dens 1,6) 8 cm^3 Alcool metilic 175 cm^3 Glicerină 25 cm^3. Metilglicol (Etilenglicolmonometileter) 400 cm^3	40 (20...60)	70 65...80	60...90	Aluminiu şi aliajele lui, oţeluri, plumb	Lucrează mai încet ca electrolitul 2. Bun pentru aluminiu şi aliajele sale.

4

STUDIUL MACROSCOPIC AL METALELOR

Prin analiza macroscopică a materialelor metalice se înţelege studierea acestora cu ochiul liber sau cu mijloace de mărire mică, pînă la 50:1 (lupe, microscop). Informaţiile primite se referă la aspectul şi structura generală a materialelor metalice, adică date privind: elaborarea şi prelucrarea lor, natura şi omogenitatea structurii, starea de tratament termic, prezenţa defectelor de material, cauzele deteriorării sau ruperii în timpul prelucrării sau funcţionării piesei, calitatea îmbinărilor sudate etc.

Studiul macroscopic se face pe suprafeţele neprelucrate ale materialului, aşa cum rezultă acestea din: solidificare (formare), în urma diferitelor prelucrări sau a ruperii (casură), precum şi pe suprafeţe special prelucrate (şlefuite) în vederea acestui scop.

Cel mai frecvent, analiza macroscopică serveşte la determinarea defectelor de material. In acest caz se folosesc standardele (STAS 5500-74), STAS 782-79, STAS 6656-80, STAS 6092/1-83, STAS 7084/1-81, STAS 7084/2-82) care definesc terminologia defectelor, cauzele apariţiei şi a remedierii lor, clasificîndu-le în cadrul fiecărei prelucrări primare a materialului: defectele pieselor turnate, defectele produselor laminate, extrudate şi trase din oţel, defectele pieselor forjate, defectele îmbinărilor sudate etc. Conform standardelor de mai sus defectele sînt simbolizate prin litere şi cifre. De exemplu C 221, înseamnă un defect de material în stare turnată, care se referă la prezenţa de crăpături la cald, cu suprafeţe oxidate, pe suprafaţa sa exterioară (STAS 782-79).

4.1. STUDIUL MACROSCOPIC AL LINGOULUI SI AL DEFECTELOR TRANSMISE IN SEMIFABRICATE

In oţeluri, analiza macroscopică începe prin studierea lingoului; la materialele care se toarnă direct în piese (fontă, aliaje neferoase, mai rar oţel) analiza macroscopică se aplică obligatoriu la controlul piesei turnate.

Lingoul se examinează pe suprafaţa sa exterioară şi în cazul omologării şarjei pe secţiuni longitudinale şi transversale special confecţionate.

Principalele defecte care se examinează la lingou sînt: retasura, segregaţia, zonele de cristalizare (zona grăunţilor columnari), suflurile şi incluziunile nemetalice.

Retasura macroscopică (gol de contracţie) trebuie să fie concentrată, de forma unei pîlnii şi plasată la partea superioară a lingoului, adică în capul pierdut, pentru a putea fi înlăturată (fig.4.1,a). Retasura dispersată în corpul lingoului (fig.4.1,b) constituie surse de deteriorare a materialului în decursul prelucrării (laminare, forjare, tragere, aşchiere) sau în piesa finită deoarece nu este eliminată.

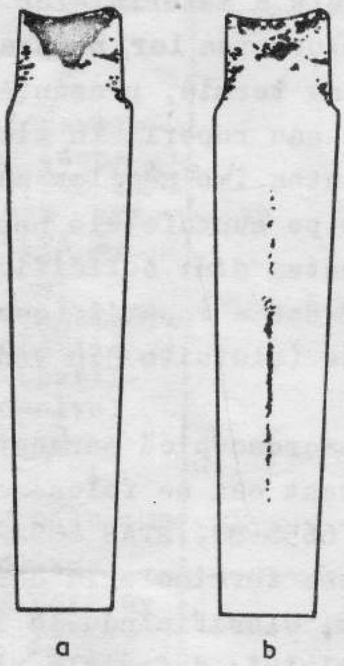


Fig.4.1. Secţiune longitudinală prin lingou
a-cu retasură concentrată în capul pierdut; b-cu retasură împrăştiată îm masa lingoului

Segregaţia macroscopică (neomogenitate chimică) se plasează în jurul retasurii (superioară) şi în talpa lingoului (inferioară) şi se recunoaşte fiind material de nuanţă şi uneori culoare diferite de a materialului de bază. Segregaţia împiedecă sudarea golurilor de contracţie din material în timpul prelucrării la cald şi în felul acesta constituie surse de deteriorare şi rupere a materialului. In fig.4.2 şi 4.3, secţiuni transversale de profile laminate, se observă retasura centrală înconjurată

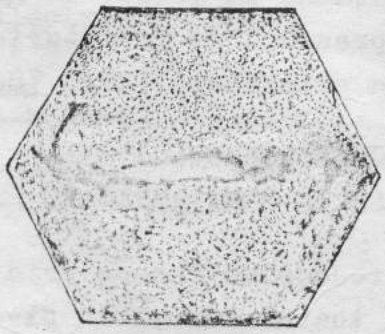


Fig.4.2. Secţiune transversală în profil hexagonal laminat: retasură centrală şi segregaţie

Fig.4.3. Secţiune transversală în profil laminat: retasură centrală cu segregaţie

de segregaţie, provenite ambele din lingoul primar (DL 3.1.1b STAS 6656-80). Acelaşi efect este prezent şi în şina de cale ferată, secţionată transversal (fig.4.4).

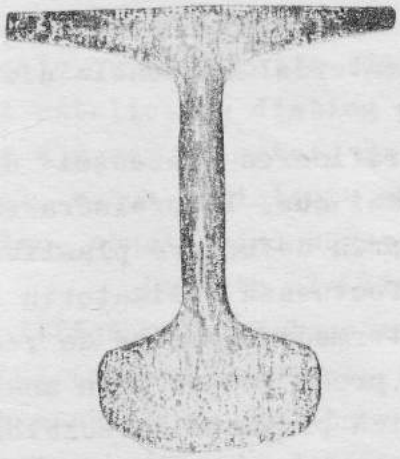


Fig.4.4. Secţiune transversală la o şină de cale ferată: retasură şi segregaţie

Fig.4.5. Secţiune longitudinală în bară laminată şi trasă: retasură deformată

După laminare şi tragere, bara secţionată longitudinal din fig.4.5 prezintă retasură alungită nesudată.

Zona grăunţilor columnari din lingou se caracterizează prin anizotropie, fiind constituită din grăunţi alungiţi în direcţia evacuării căldurii la solificarea lingoului, adică perpendiculari pe suprafeţele exterioare. In cazul secţiunilor transversale pătrate a lingourilor, în regiunea colţurilor, în planele diagonale, formarea grăunţilor columnari se face sub unghiuri de 90°, adică **orientarea grăunţilor nu este continuă ci discontinuă (fig.4.6)**

Cu cît zona columnară din lingou este mai întinsă, cu atît discontinuitatea **la întîlnirea grăunţilor este mai pronunţată şi cu atît rezistenţa materialului** în aceste zone este mai mică.

In cazul secţiunilor transversale circulare la lingouri (şi la piese turnate) grăunţii columnari se formează radial (fig.4.7) şi **zonele de minimă rezistenţă dispar.**

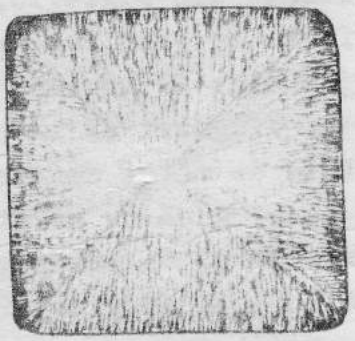


Fig.4.6. Secţiune transversală în lingou de formă pătrată: structură columnară discontinuă în planele diagonale

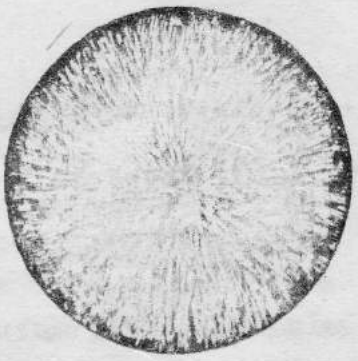


Fig.4.7. Secţiune transversală în lingou (piesă) de formă circulară: structură columnară radială

Deoarece prelucrarea lingotierei de secţiune pătrată este mai ieftină decît cea cu secţiune transversală circulară, lingourile au o secţiune transversală pătrată, cu colţurile rotunjite prin raze de curbură. In acest fel se elimină prezenţa discontinuităţii fibrelor de material în zonele diagonale.

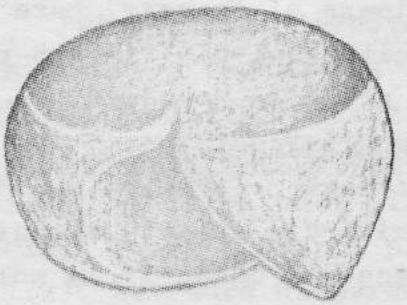


Fig.4.8. Probă de refulare cu dislocarea materialului datorită zonei columnare discontinue

Pentru verificarea prezenţei defectelor de mai sus, la prelucrarea lingourilor prin deformare plastică la cald se efectuează obligatoriu la produsele intermediare probe de refulare. Aceste probe indică prin analiză macroscopică prezenţa defectelor lingoului de la turnare şi pînă la prelucrarea în acea fază. Astfel, despicarea materialului ca în fig. 4.8 indică zona diagonală columnară întinsă, deci material fără rezistenţă mecanică corespunzătoare.

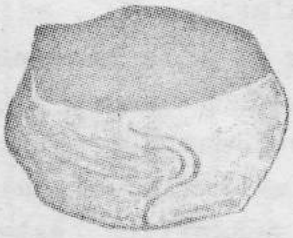


Fig.4.9. Probă de refulare cu retasuri în stratul superficial de material

Retasurile şi suflurile din lingou, situate mai aproape de exterior, după proba de refulare se prezintă ca în fig.4.9. De aceea lingourile de calitate ca şi barele laminate se decojesc.

In decursul laminării pot interveni suprapuneri de material ca în cazul probei refulate din fig.4.10, ceea ce denotă defecte în profilul valţurilor.

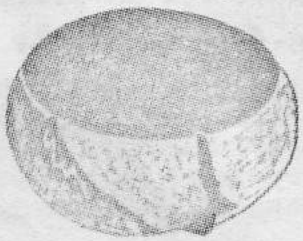


Fig.4.10. Probă de refulare cu bavuri exterioare

Suflurile sînt incluziuni de gaze care apar la lingouri şi în piesele turnate. Baia de metal conţine o cantitate de gaze; dacă nu se elimină prin dezoxidare şi calmare, gazele rămîn incluse în material. La solidificare şi răcire, datorită contracţiei, volumul de gaz închis este comprimat continuu şi din tensiunile care iau naştere se formează goluri de material, de formă sferică-elipsoidală, cu suprafeţe netede şi lucioase.

Suflurile se determină prin analize nedistructibile: defectoscopie cu raze X, raze γ, unde ultrasonice, feromagnetism etc. Macroscopic se pot determina numai cînd apar în casuri sau suprafeţe prelucrate.

Incluziunile nemetalice macroscopice intră de obicei în zonele cu segregaţie, dar pot fi împrăştiate şi în masa materialului metalic. Se disting prin nuanţă şi chiar culoare diferită de cea a masei de metal. Prin prezenţa lor, deşi sînt plin de material, reduc rezistenţa mecanică şi proprietăţile plastice ale metalelor, constituind surse de deteriorare şi rupere ale acestora.

Defecte ale lingoului, nedetectate în această fază, se amplifică prin prelucrările ulterioare ducînd la rebutarea materialului (piesei). Astfel, fig.4.11 prezintă aspectul longitudinal şi transversal al unei bare laminate. Se disting două zone de material: un miez mai puţin deformat şi o coaje în care este învelit miezul.

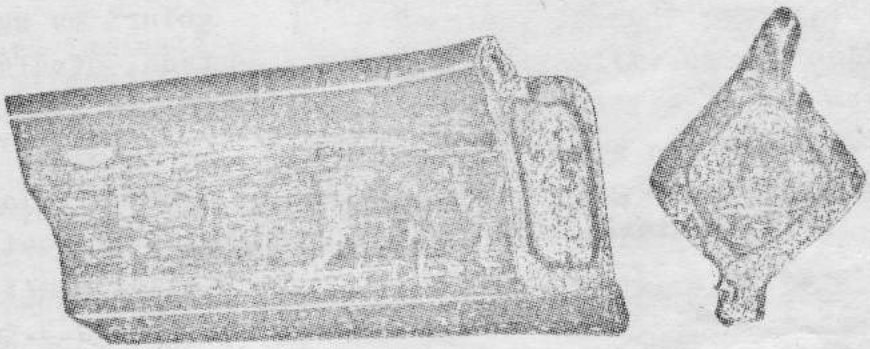


Fig.4.11. Profil laminat, aspect longitudinal şi transversal: miez şi exterior rezultate prin erupţia lingotierei

Este rezultatul unei erupţii a lingotierei, adică în decursul turnării lingotiera a permis scurgerea de metal. In felul acesta s-a format o coaje de metal care îmbracă interiorul lingotierei. La apariţia erupţiei, turnarea trebuie oprită şi coaja de metal, în contact cu atmosfera s-a oxidat. Completarea cu metal ulterior a dat naştere unui lingou format dintr-un miez despărţit de coaja sa prin stratul de oxizi format. Oxizii au împiedecat sudarea materialului la laminare şi astfel au rezultat două zone de material, un rebut lipsit de rezistenţă mecanică.

4.2. STUDIUL DEFECTELOR DE TURNARE, PRELUCRARE PRIN DEFORMARE PLASTICA LA CALD SI LA RECE SI DE TRATAMENTE TERMICE

Examinarea macroscopică a suprafeţelor de formare relevă date cu privire la solidificarea materialului şi se aplică în special la piesele turnate. Defectele pieselor turnate observabile pe suprafeţele de turnare ale acestora, se datoresc deficienţelor de la: elaborarea aliajului, turnarea propriu-zisă, pregătirea formei de turnare, calitatea amestecului de formare etc. Acestea pot fi: defecte de dimensiuni, forme şi mase necorespunzătoare, defecte de suprafaţă, crăpături, goluri şi incluziuni (STAS 782-79).

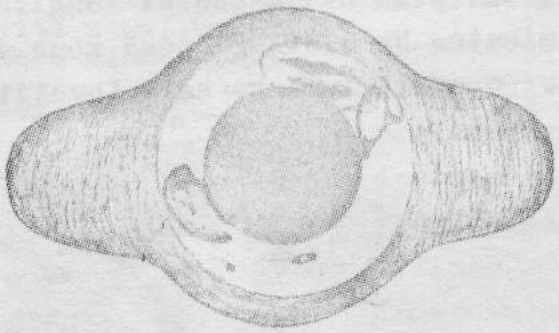


Fig.4.12. Piesă turnată şi prelucrată prin aşchiere: sufluri

In fig.4.12 piesa de fontă turnată şi prelucrată, prezintă în suprafaţa plană sufluri, goluri cu suprafaţă netedă, strălucitoare (B 111 STAS 782-79).

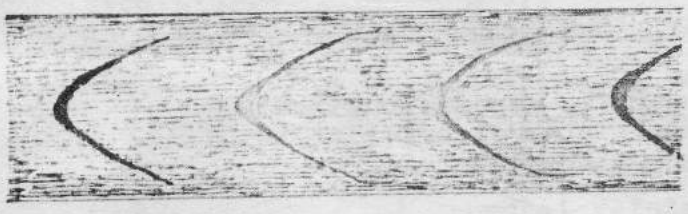


Fig.4.13. Bară laminată şi supratrasă în secţiune longitudinală: ruperea din interior a materialului puternic ecruisat în exterior

In cazul produselor deformate la cald (laminate) poate apărea defectul numit suprapunere (DL 2.3.2a STAS 6656-80), cauzat de o bavură preexistentă pe semifabricat şi care se observă după laminare, în secţiunea transversală a produsului.

La produsele deformate la rece (tragere, trefilare) pentru a se mări capacitatea de deformare a materialului, li se intercalează tratamente termice de recoacere de recristalizare. Aceste tratamente refac structura deformată a materialului ecruisat, din grăunţi alungiţi în grăunţi echiaxiali, redîndu-i proprietăţile plastice. Dacă tratamentul termic nu s-a executat la timp, materialul tras în continuare se distruge datorită tensiunilor interne foarte puternice, defect care se numeşte supratragere (DL 3.2.3 STAS 6656-80) şi care duce la rebutarea produsului. Fig.4.13 prezintă,

în secţiune longitudinală, bară laminată şi supratrasă. Datorită tensiunilor interne neuniforme, în material apar despicături, dispuse transversal, paralele între ele, la distanţe relativ egale şi avînd adesea forma unor cozi de rîndunică.

Fig.4.14 arată o bară laminată şi supratrasă deterioarată complet datorită ecruisării puternice, sub formă de floare; material neomogen, puternic tensionat prin deformarea la rece.

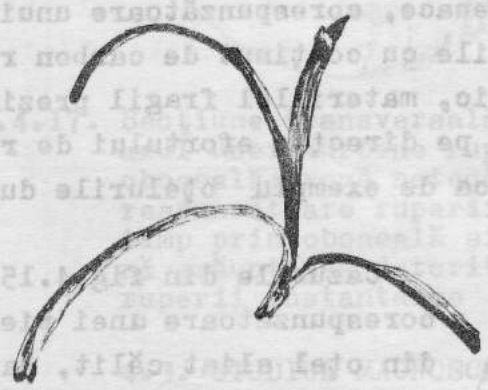


Fig.4.14. Bară laminată şi supratrasă: rupere datorată ecruisării puternice (floare)

Suprafaţa de rupere, casura, unui material ne dă indicaţii asupra naturii şi stării de tratament. In general oţelurile aliate, consecinţă a elementelor de aliere, prezintă casuri mai fine decît cele ale oţelurilor carbon, după acelaşi tratament termic. Acelaşi aliaj, după diferite tratamente termice, prezintă casuri de granulaţie diferită: oţelul călit are o casură mai fină decît acelaşi oţel în stare normalizată. Supraîncălzirea oţelului (la tratamente termice sau la prelucrarea la cald) are ca rezultat o structură de granulaţie grosolană, fibroasă, spre deosebire de acelaşi oţel călit corect, a cărei structură macroscopică este fină şi mătăsoasă.

Prin examinarea macroscopică a suprafeţelor de rupere, se poate aprecia şi mărimea grăuntelui austenitic pentru oţelurile carbon şi slab aliate de construcţii cu conţinut de carbon de la 0,35 % şi mai mult (STAS 7930-67). In acest fel se pot determina:

- susceptibilitatea oţelului la supraîncălzire în condiţii apropiate de condiţiile normale de tratament termic al mărcii respective de oţel;
- cinetica creşterii grăuntelui austenitic în anumite intervale de temperaturi de încălzire a oţelului.

Pentru aceasta se confecţionează probe din oţelul respectiv, de secţiune transversală pătrată sau circulară, de 10-30 mm diametru şi lungimea de cca 100 mm; se execută o crestătură în U sau V, adîncă de 1-3 mm pe o singură latură a pătratului sau pe întreaga circumferinţă şi se călesc. Ruperea în dreptul crestăturii se face la o presă sau un ciocan pendul şi suprafeţele de rupere

obţinute se compară cu scara etalon standardizată, unde etaloanele numerotate de la 1 la 10, corespund punctajelor de la 1 la 10, punctajul 1 fiind pentru ruptura cu grăuntele cel mai grosolan şi punctajul 10 pentru ruptura cu grăuntele cel mai fin.

Examinarea macroscopică a epruvetelor rupte la tracţiune ne dă indicaţii cu privire la plasticitatea materialului. Astfel, epruvetele care prezintă gîtuire şi alungire vizibile, cu rupere prin con-crater, indică o rupere tenace, corespunzătoare unui material plastic, ca de exemplu oţelurile cu conţinut de carbon redus. Spre deosebire de materialul plastic, materialul fragil prezintă o suprafaţă de rupere perpendiculară pe direcţia efortului de rupere, fără deformaţii plastice vizibile ca de exemplu oţelurile dure şi fontele obişnuite de turnătorie.

Fig.4.15. Piesă din oţel aliat călit: suprafeţele de rupere datorate răcirii bruşte de la călire

Cazurile din fig.4.15 sînt corespunzătoare unei piese din oţel aliat călit, care s-a rupt la răcirea de la călire, datorită tensiunilor interne prea mari. Suprafeţele de rupere au aspect fin, mătăsos, cu faţete.

Fig.4.16 prezintă casura unei piese dintr-o matriţă. Datorită trecerii bruşte de secţiune, de la peretele subţire la peretele gros, în timpul răcirii de la călire, piesa s-a crăpat. Dacă variaţiile de secţiune nu se pot face cu rază de racordare, atunci cel puţin la proiectarea piesei, pereţii acesteia trebuie să aibe aceeaşi grosime, altfel tensiunile interne de la călire se concentrează în zona de trecere bruscă, provocînd ruperea materialului.

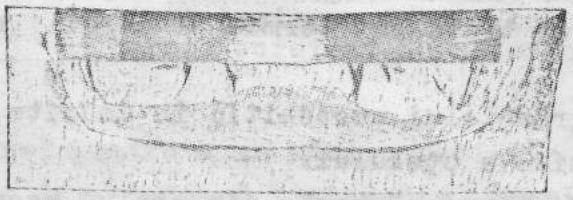


Fig.4.16. Piesă dintr-o matriţă: suprafaţa de rupere datorată răcirii bruşte de la călire

Organele de maşini care sînt solicitate în funcţionare la solicitări mici, dar cu caracter alternativ sau variabil şi în timp îndelungat, se pot deteriora prin oboseală. Ruperea la oboseală prezintă întotdeauna o casură ce se caracterizează prin două zone distincte. De obicei, de la exteriorul piesei, datorită unei fisuri, crăpături sau

Fig.4.17. Secţiune transversală în axul unei turbine rupt la oboseală: zonă netedă corespunzătoare ruperii în timp prin oboseală şi zonă grăunţoasă datorită ruperii instantanee

a unor concentrări de tensiuni (rezultate de la turnare, prelucrări ulterioare inclusiv aşchiere) se propagă în timp ruperea lentă, prin oboseală propriu-zisă, cu aspect fin, neted, cu arcuri de propagare a fisurii. Slăbind secţiunea materialului, restul se rupe brusc datorită solicitărilor mecanice, zona aceasta avînd un aspect fibros, grăunţos, fiind zona de rupere statică (fig. 4.17).

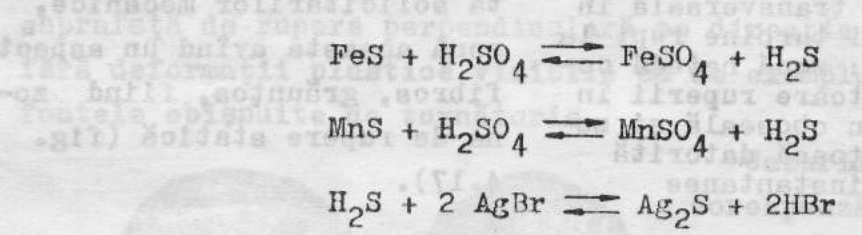
4.3. STUDIUL MACROSCOPIC IN SECTIUNI LUSTRUITE SI ATACATE

Studiul macroscopic pe suprafeţe special şlefuite se face cu scopul de a scoate în evidenţă aspecte ale metalelor, cum ar fi: structura primară (turnată), segregaţiile, incluziunile nemetalice, retasuri, granulaţia structurii, liniile de deformare plastică (fibrele), structura îmbinărilor sudate, decarburarea oţelului, stratul realizat prin tratamente **termochimice**, calitatea diferitelor prelucrări etc. Suprafeţele special pregătite sînt secţiuni ale semifabricatelor, pieselor şi îmbinărilor, prelucrate fin prin şlefuire, care se supun acţiunii chimice a unui reactiv metalografic de macrostructură. Cei mai utilizaţi reactivi pentru examinarea macroscopică, împreună cu condiţiile de lucru şi destinaţia lor, sînt daţi în tabelul 4.1 (STAS 4203-74).

Secţiunile de produse laminate prezentate în fig.4.2, 4.3 şi 4.4, analizate anterior prin examinare cu ochiul liber, atacate cu **acid clorhidric 50 %**, la cald, prezintă şi mai evident retasura şi segregaţiile în raport cu masa de bază a oţelului.

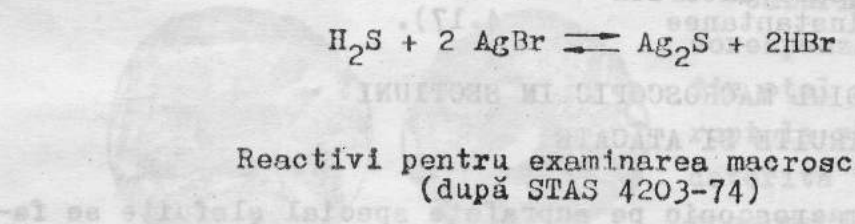
Reactivul Baumann se foloseşte pentru obţinerea amprentei Baumann, adică punerea în evidenţă a segregaţiei de sulf în oţeluri (STAS 7839-67). Suprafaţa de cercetat a materialului este şlefuită cu hîrtie metalografică fină şi apoi spălată bine în apă curgătoare, degresată cu alcool şi uscată. Hîrtia fotografică, pe bază de bromură

de argint, se înmoaie 2-3 minute în reactivul Baumann, apoi se aşează cu partea gelatinoasă pe suprafaţa şlefuită. Acidul sulfuric intră în reacţie chimică cu sulfura de fier şi sulfura de mandin suprafaţa şlefuită formînd sulfatul de fier şi de mangan şi eliberînd hidrogen sulfurat. Acesta din urmă, reacţionează cu bromura de argint a hîrtiei fotografice precipitînd sulfura de argint care este de culoare brun închis. In felul acesta în conturul general al suprafeţei şlefuite pe hîrtia fotografică, apar pete brun **închis corespunzătoare** sulfurilor din secţiune. Reacţiile chimice după care se formează amprenta Baumann sînt următoarele:



$$FeS + H_2SO_4 \rightleftharpoons FeSO_4 + H_2S$$

$$MnS + H_2SO_4 \rightleftharpoons MnSO_4 + H_2S$$



$$H_2S + 2\,AgBr \rightleftharpoons Ag_2S + 2HBr$$

Tabelul 4.1

Reactivi pentru examinarea macroscopică
(după STAS 4203-74)

Reactivul	Compoziţia reactivului	Condiţii de utilizare	Destinaţia reactivului
0	1	2	3
Oberhoffer	0,5 g clorură stanoasă 1 g clorură cuprică 30 g clorură ferică 50 ml acid clorhidric 500 ml alcool etilic 500 ml apă	Se cufundă proba în soluţia de atac; atacul este terminat cînd proba este acoperită cu un strat roşu de cupru. Anterior atacului proba este lustruită şi slefuită	Pune în evidenţă structura primară prin segregaţia fosforului. In lumină perpendiculară porţiunile bogate în fosfor sînt strălucitoare faţă de porţiunile sărace care rămîn negre, mate. La iluminare oblică fenomenul apare invers
Heyn	10 g clorură cuprică amoniacală 100 ml apă	Se scufundă proba în soluţie un minut. Cuprul depus se şterge sub curent de apă cu vată sau hîrtie de filtru. Anterior atacului proba este şlefuită	Pune în evidenţă segregaţia de sulf, fosfor şi carbon. Segregaţia de sulf şi fosfor se colorează în cafeniu. Reactivul se recomandă în special pentru segregaţia de carbon care se colorează în nuanţă închisă

Tabelul 4.1. (continuare)

0	1	2	3
Baumann	Acid sulfuric 1...10 %	Hîrtia fotosensibilă (BrAg) se îmbibă în reactiv timp de 1-2 minute, apoi pe faţa şlefuită a probei se aplică faţa gelatinată a hîrtiei îmbibate asigurîndu-se prin presiune contact intim timp de 1...5 min. apoi hîrtia se fixează în soluţia de hiposulfit, se clăteşte cu apă şi se usucă	Pune în evidenţă în special segregaţia sulfurilor care apar de culoare cafenie mai închisă.
Adler	15 g clorură feric̆ă 3 g clorură amoniacală 50 ml acid clorhidric 25 ml apă	Se aplică pe suprafeţe lustruite	Pune în evidenţă structura şi zona de influenţă termică a cusăturilor sudate
Fry	50 g clorură cuprică 120 ml acid clorhidric 100 ml apă	Inainte de atac proba se supune recoacerii de recristalizare apoi se şlefuieşte şi lustruieşte. După atac se şterge suprafaţa cu HCl 1:1 pentru eliminarea cuprului depus	Se foloseşte pentru determinarea liniilor de deformaţii care se produc prin prelucrare la rece
Niessner	Soluţia 1: acid clorhidric 1:20 Soluţia 2: fericianură de potasiu 20 %	Hîrtia sensibilă (BrAg) se înmoaie în soluţia 1; după scurgere se apasă 2 min. faţa gelatinată pe proba lustruită anterior, hîrtia se developează 10 min. în soluţia 2	Pune în evidenţă oxizii care apar de culoare albastru închis
1	Acid azotic 4 % ... 10 %	Se utilizează la rece: proba se scufundă în soluţia de acid sau se tamponează suprafaţa cu vată înmuiată în reactiv	Pune în evidenţă suflurile, porozităţile, fisurile, fulgii, structura dendritică; acest reactiv este indicat la oţelurile carbon şi slab aliate
2	Acid clorhidric 50 %	Se utilizează cald	Pune în evidenţă orientarea fibrelor, segregaţiile, incluziunile, porozităţile, crăpăturile şi petele moi formate la călire

Hîrtia fotografică se desprinde de pe suprafaţa piesei, se clătesţe în apă, se ţine într-o baie de fixare, se clătesţe din nou în apă şi apoi se usucă.

Fig.4.18 prezintă două amprente Baumann a două nituri: în primul caz (a) sulfurile în cantitate admisibilă sînt distribuite fin în masa materialului, în al doilea caz (b) sulfurile sînt în cantitate mare şi concentrate în miezul nitului micşorîndu-i considerabil rezistenţa.

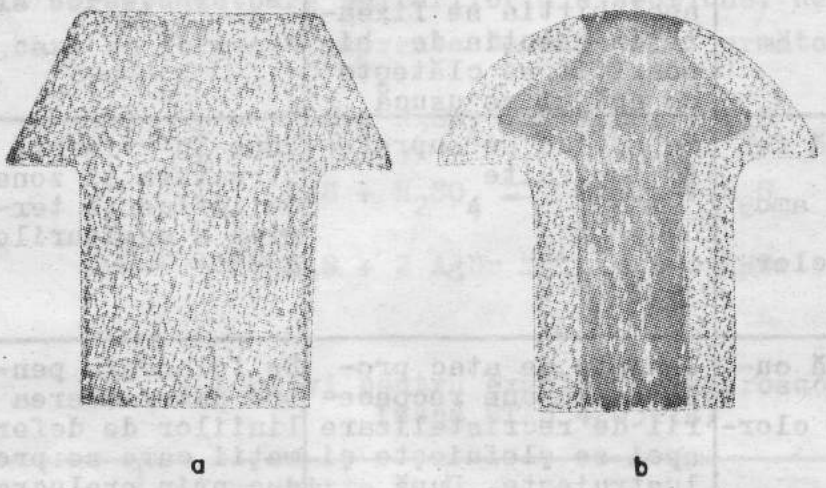


Fig.4.18. Amprenta Baumann în nituri a-distribuţia fină şi uniformă a segregaţiei de sulf; b-prezenţa segregaţiei de sulf concentrată şi în cantitate mare

In mod analog se determină segregaţia fosforului folosindu-se reactivul Oberhoffer, ca în figurile 4.19 (în oţel turnat), 4.20 (într-un dinte de cremalieră) şi în 4.21 (într-un nit).

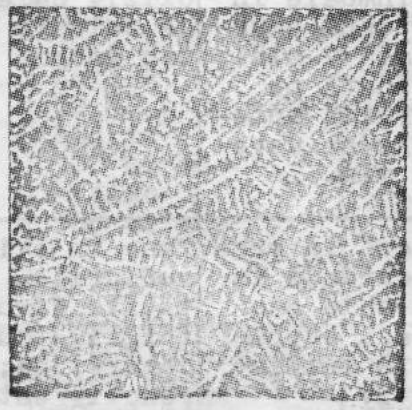


Fig.4.19. Secţiune de oţel atacată cu reactivul Oberhoffer: structură primară dendritică grololană pusă în evidenţă prin segregaţia fosforului.

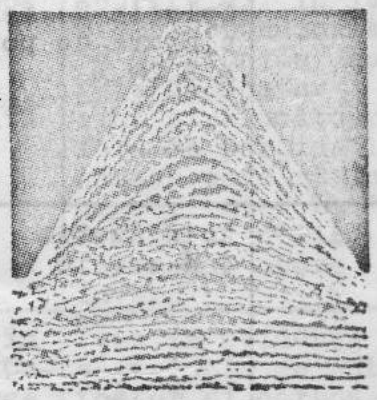


Fig.4.20. Secţiune prin dinte de cremalieră atacată cu reactivul Oberhoffer: distribuţia fibrelor de material la deformare pusă în evidenţă prin segregaţia fosforului

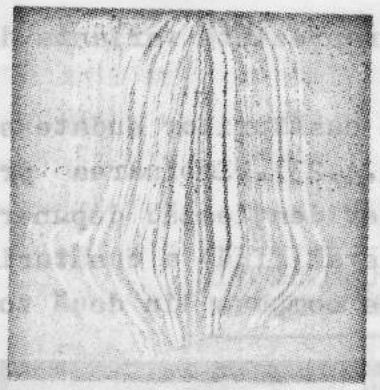


Fig.4.21. Secţiune prin nit atacată cu reactivul Oberhoffer; distribuţia fibrelor de material deformat pusă în evidenţă prin segregaţia fosforului

Fig.4.22. Secţiune printr-un produs deformat la rece atacat cu reactivul Fry: distribuţia liniilor de deformare plastică la rece

Continuitatea fibrelor metalice în urma deformării plastice la rece se poate urmări prin atacarea suprafeţei şlefuite cu reactivul Fry (fig.4.22). Discontinuitatea, tăierea sau ruperea fibrelor de material în timpul deformării plastice (la cald şi la rece) scade rezistenţa mecanică a materialului şi calitatea prelucrării.

Prin analiză macroscopică se pot determina la oţeluri şi defectele numite fulgi. Prin fulgi se înţeleg discontinuităţi de material sub formă de fisuri fine şi scurte, provocate de obicei de prezenţa hidrogenului şi a unei răciri necorespunzătoare, ceea ce dă naştere la tensiuni interne puternice care distrug materialul. In cazul oţelurilor carbon şi slab aliate de construcţii, fulgii se pun în evidenţă cu reactivi metalografici specifici (STAS 7815-78). Determinarea fulgilor se face direct pe produsul turnat, laminat sau forjat, pe probe a căror suprafaţă se şlefuieşte (întocmai ca pentru amprenta Baumann).

4.4. STUDIUL MACROSCOPIC AL IMBINARILOR SUDATE

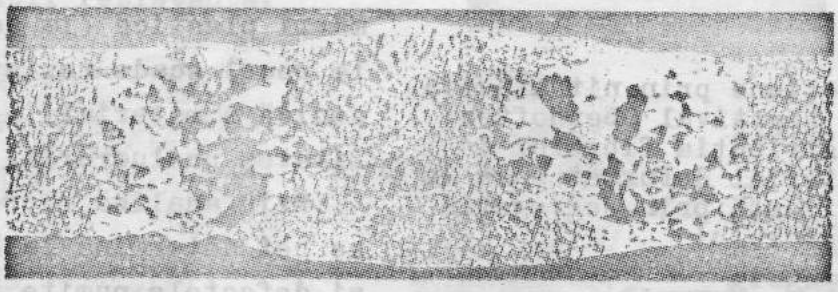
Defectele macroscopice ale îmbinărilor sudate (STAS 7084/1-81), STAS 7084/2-82,STAS 7084/3-86)sînt definite şi clasificate prin numere. De exemplu:

- macrofisura, este o fisură care poate fi determinată în condiţiile examinării macroscopice; se simbolizează 100 2, primele trei cifre (100) indicînd defectul (fisura), iar următoarea cifră (2) se referă la mărimea defectului (STAS 7084/3-86);

- suflura sferoidală izolată este o incluziune de gaze ce poate fi prezentă la îmbinarea sudată prin presiune; se simbolizează 201 1, în care primele trei cifre reprezintă defectul (gol-

suflură), iar cifra următoare (1) reprezintă varianta de defect - suflură izolată (STAS 7084/2-82).

Structura macroscopică a cusăturilor sudate se poate urmări folosind reactivul Adler (fig.4.23). Imbinarea pregătită ca probă metalografică, după atac evidenţiează: depunerea succesivă de material, granulaţia (în general fină) a cusăturii faţă de cea a materialului de bază, care se compune din două zone distincte:



c b a b c

Fig.4.23. Secţiune printr-o îmbinare sudată atacată cu reactivul Adler
a-structura fină a cusăturii propriu-zisă; b-structura grosolană a zonei de influenţă termică din materialul de bază; c-structura fină a restului de material de bază

- zona de influenţă termică (b) de granulaţie grosolană ca efect al supraîncălzirii;

- restul materialului de bază (c) de granulaţie relativ fină, mai fină decît zona de influenţă termică.

La solicitare, îmbinarea nu se rupe în cusătură (a) ci alături, în zona de influenţă termică cu proprietăţi mecanice mai slabe. Dacă îmbinarea se supune unui tratament termic de normalizare, zona de influenţă termică dispare, structura fiind omogenă din punctul de vedere al granulaţiei.

5

DETERMINAREA MICROSCOPICA A INCLUZIUNILOR NEMETALICE IN OTELURI

Din punctul de vedere al originii şi compoziţiei, incluziunile nemetalice în metale pot fi: exogene şi endogene.

Prin incluziuni exogene se înţeleg corpurile străine care pătrund din afară în materialul metalic (nisip, zgură, prealiaje etc.).

Incluziunile endogene sînt acelea care se produc prin reacţii metalurgice în materialele metalice topite.

Atît incluziunile exogene cît şi cele endogene, din cauza lipsei sau insuficientei legături cu masa metalică de bază, precum şi a durităţii, rezistenţei şi capacităţii de prelucrare prin deformare plastică foarte diferite de a metalului de bază, constituie cauze ale defectelor de material, respectiv ale ruperilor.

Determinarea incluziunilor nemetalice în materialele metalice se poate face prin analize chimice amănunţite şi prin analize metalografice (macroscopice şi microscpice).

Determinarea microscopică a incluziunilor nemetalice în oţeluri se face pe probe prelevate conform STAS 4203-74. Aceste probe au suprafaţa de examinare paralelă cu direcţia eforului principal de deformare plastică, adică sînt probe longitudinale, Pentru ca în suprafaţa de examinat să nu se imprime resturi de la şlefuirea suprafeţei, înainte de prelucrarea metalografică, probele se supun călirii şi eventual unei reveniri joase. In cazul lustruirii electrolitice sau cu pastă de diamant, călirea probelor nu este necesară. După călire, probele se şlefuiesc pe o adîncime de minimum 0,5 mm, care să înlăture eventualele urme de oxizi şi strat decarburat de la încălzirea de la călire, apoi se lustruiesc întocmai ca orice probă metalografică. Suprafaţa de probă destinată examinării trebuie să fie între 150 şi 450 mm^2.

Modalitatea de examinare şi evaluare microscopică a incluziunilor nemetalice în oţeluri se poate face prin următoarele metode:

- comparaţie cu scări etalon standardizate (STAS 5949-80);
- metode metalografice de determinare automată (metoda baleierii mecanice, metoda analizării cîmpurilor vizuale STAS 5949/2-83);
- metode metalografice speciale (lumină polarizată, iluminare oblică etc.).

Determinarea conţinutului de incluziuni prin compararea cu etaloane standardizate se face prin cercetarea probelor la microscop, la mărire 90:1 - 110:1, pe toată suprafaţa probei stabilindu-se incluziunile după diferitele grupe de incluziuni din etaloane. Acestea sînt: oxizi, silicaţi, sulfuri şi nitruri.

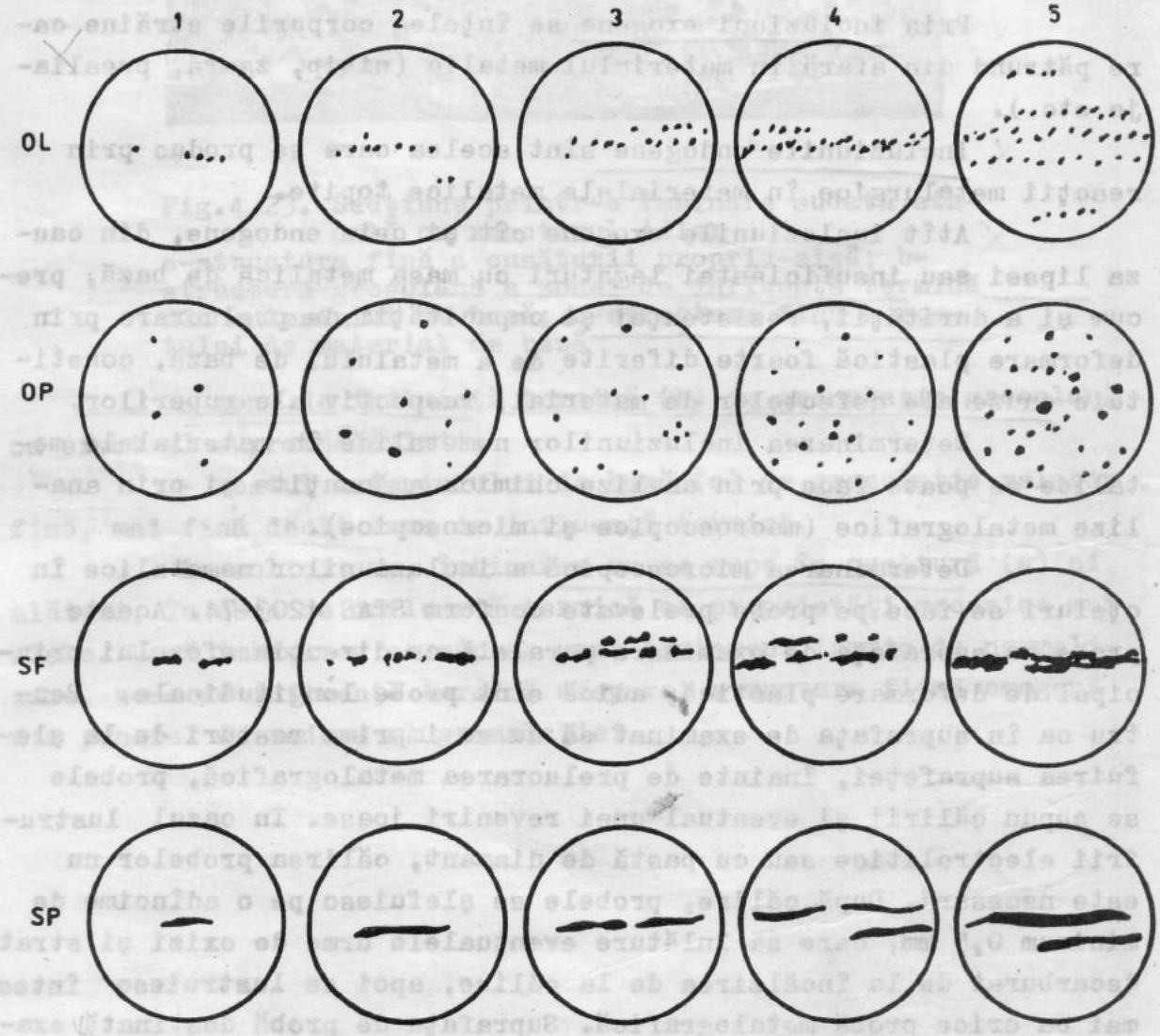


Fig.5.1. Etaloane pentru determinarea incluziunilor nemetalice în oţeluri - schemă orientativă după STAS 5949-80:
OL - oxizi liniari (în şiruri); OP - oxizi punctiformi; SF - silicaţi fragili; SP - silicaţi plastici

Oxizii (FeO, MnO etc.)sînt incluziuni fragile care apar la microscop fie în şiruri (fig.5.1 - OL) adică repartizare liniară, fie în formaţiuni rotunde, ovale, adică punctiformi (fig.5.1 - OP). Asemenea incluziuni provin din produşi care în oţelul lichid se găsesc în stare solidă, au temperatură de topire foarte înaltă, care la deformarea plastică a oţelului se sfărîmă în şiruri (OL) sau rămîn la forma şi mărimea iniţială (OP), adică punctiformi.

Silicaţii pot să fie fragili şi plastici. Silicaţii fragili (fig.5.1 - SF) de tipul saturat cu SiO_2 sînt asemănători oxizilor, de aceea la deformarea plastică se sfărîmă în şiruri. Silicaţii sticloşi (fig.5.1 - SP) de tipul nesaturat cu SiO_2 sînt incluziuni relativ plastice, în special la temperaturi mai ridicate. Plasticitatea lor scade la temperaturi joase, astfel încît la temperatura ambiantă şi sub formă de particole mari, nedeformate (fig. 5.2 - SN) determină rebutarea materialului.

In tabelele destinate prelucrării prin ambutisare, indicele Erikson creşte cu scăderea cantităţii de incluziuni pe bază de siliciu.

Sulfurile sînt reprezentate în oţeluri, în special prin FeS şi MnS. Sulfura de fier este cea care determină puternic scăderea plasticităţii, deoarece se dispune în reţea şi prin temperatura sa joasă de topire (eutectic pe bază de FeS), fragilizează oţelul la cald, Sulfura de fier apare în oţelurile necalmate şi cu conţinut mic de mangan. Dacă conţinutul de mangan în oţel este suficient de mare (> 0,27 % Mn) şi cel de sulf suficient de mic (< 0,03 % S) se formează MnS sau sulfuri complexe (Mn, Fe, Mx)S, unde Mx reprezintă alte elemente. Acest tip de sulfuri au temperaturi înalte de topire şi nu afectează plasticitatea oţelului, ele fiind plastice. In acest fel, apar în cîmpul vizual sub formă de linii subţiri foarte întinse (fig.5.2 - S).

In oţelurile cu conţinut de sulf mai ridicat şi cu mangan suficient, prin formarea sulfurilor de tipul MnS, condiţiile de prelucrabilitate prin aşchiere se îmbunătăţesc datorită uşurării tăierii, încît oţelurile destinate prelucrării pe maşini unelte automate, au un conţinut de sulf mai ridicat decît celelalte oţeluri.

Nitrurile sînt precipitări de particole foarte fine a compuşilor pe bază de azot cu titan şi cu aluminiu (fig.5.2 -NT şi NA). Sînt incluziuni mai greu de pus în evidenţă datorită fineţei lor, chiar şi la măriri mai mari ale microscopului; apar la marginea grăunţilor sau în şiruri, se recunosc prin forme geometrice regulate (pătrat, triunghi etc.). Prin prezenţa lor fragilizează oţelul.

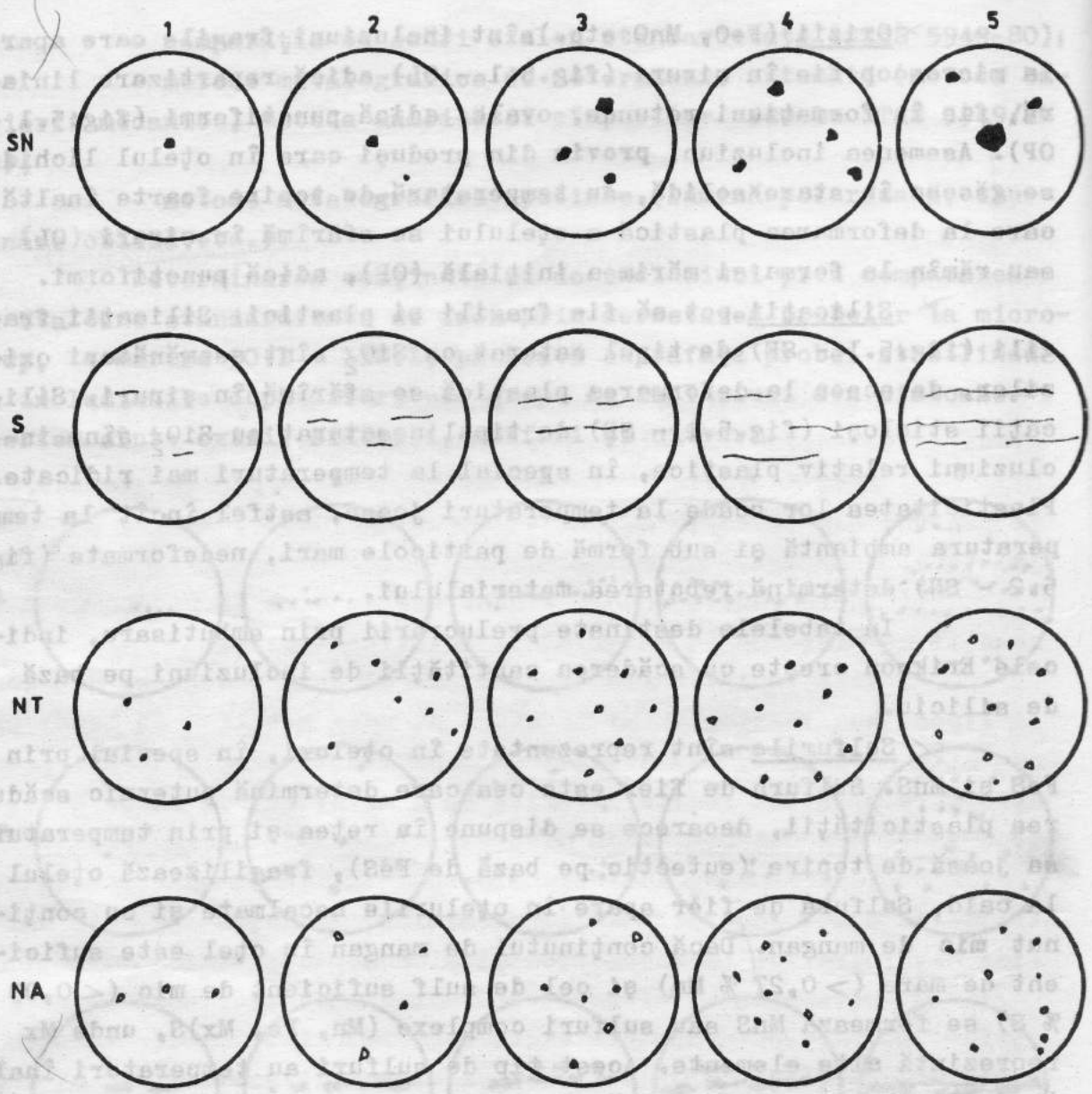


Fig.5.2. Etaloane pentru determinarea incluziunilor nemetalice în oţeluri - schemă orientativă după STAS 5949-80
SN - silicaţi nedeformaţi; S - sulfuri, NT nitruri pe bază de titan; NA - nitruri pe bază de aluminiu

Etaloanele standardizate (STAS 5949-80) indică pentru fiecare tip de incluziune nemetalică cantitatea acesteia exprimată prin punctaje (de la 1 la 5) precum şi distribuţia acestei cantităţi de incluziune în cîmpul vizual prin scări (a, b, c).

Pe de altă parte standardele oţelurilor indică pentru fiecare marcă punctajele admisibile de incluziuni nemetalice; dacă acestea sînt depăşite şarja este rebut.

Exprimarea rezultatelor examinării incluziunilor nemetalice ale unui oţel se poate face prin:

- indicarea punctajului maxim, pe tipuri de incluziuni pe diferite cîmpuri sau în acelaşi cîmp al tuturor tipurilor de incluziuni care formează cîmpul cel mai impur;

- indicarea punctajului mediu, pe tipuri de incluziuni calculat ca medie aritmetică a punctajelor maxime obţinute pe fiecare probă sau ca mai sus, însă cu limitarea concomitentă a numărului probelor cu punctaje mari şi a punctajului maxim admis.

De exemplu, dacă la examinarea incluziunilor nemetalice ale unui oţel, pe o probă a apărut un cîmp vizual ca în fig. 5.3, cu ajutorul etaloanelor standardizate STAS 5949-80 se identifică prezenţa de oxizi liniari corespunzători punctajului 5, adică un punctaj care depăşeşte limita admisibilă la oricare din oţelurile standardizate.

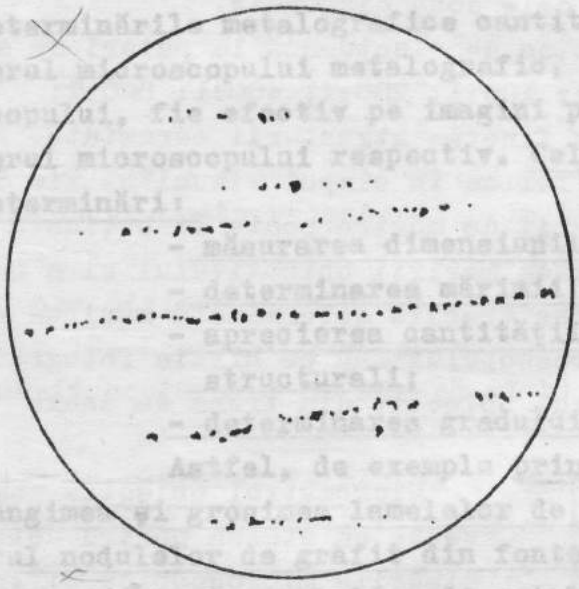


Fig.5.3. Cîmp vizual cu oxizi liniari (OL); punctaj maxim 5 100:1

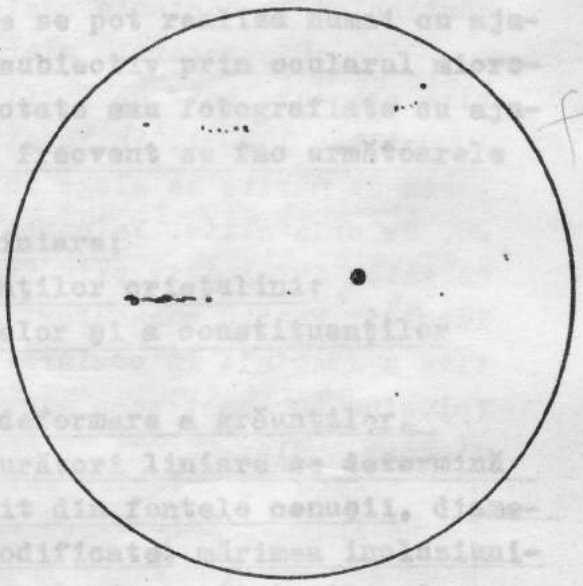


Fig.5.4. Cîmpul cel mai impur cu: oxizi liniari (OL) punctaj 1, silicaţi fragili (SF) punctaj 2 şi silicaţi nedeformaţi (SN) punctaj 2 100:1

Figura 5.4 reprezintă cîmpul cel mai impur al unei probe de oţel care conţine oxizi liniari (OL) de punctaj 1, silicaţi fragili (SF) de punctaj 2 şi silicaţi nedeformaţi (SN) de punctaj 2. Fiecare dintre aceste incluziuni sînt de punctaj admisibil, dar faptul că se găsesc concomitent în acelaşi cîmp face ca totalul incluziunilor să fie 1 + 2 + 2 = 5, adică un punctaj care depăşeşte limita admisibilă la oricare din oţelurile standardizate.

6

DETERMINARI METALOGRAFICE CANTITATIVE

6.1. NOTIUNI INTRODUCTIVE

Determinările metalografice cantitative reprezintă o serie de metode de măsurători care se efectuează asupra microstructurii metalelor şi aliajelor în scopul aprecierii calităţii acestora. Avînd în vedere dimensiunile reduse ale constituenţilor structurali, determinările metalografice cantitative se pot realiza numai cu ajutorul microscopului metalografic, fie subiectiv prin ocularul microscopului, fie efectiv pe imagini proiectate sau fotografiate cu ajutorul microscopului respectiv. Cel mai frecvent se fac următoarele determinări:

- măsurarea dimensiunilor liniare;
- determinarea mărimii grăunţilor cristalini;
- aprecierea cantităţii fazelor şi a constituenţilor structurali;
- determinarea gradului de deformare a grăunţilor.

Astfel, de exemplu prin măsurători liniare se determină lungimea şi grosimea lamelelor de grafit din fontele cenuşii, diametrul nodulelor de grafit din fontele modificate, mărimea incluziunilor gazoase şi nemetalice din oţeluri, adîncimea straturilor decarburate, călite superficial sau tratate termochimic, lungimea fisurilor, grosimea unor straturi superficiale galvanizate sau metalizate etc. Prin determinarea mărimii grăunţilor se apreciază tendinţa de creştere a grăunţilor cristalini la încălzirea oţelurilor, cinetica de creştere a grăunţilor sau se măsoară lungimea grăuntelui real, factori care depind în mare măsură de tehnologia elaborării şi prelucrării metalelor şi care influenţează numeroase proprietăţi fizice şi tehnologice ale metalelor (duritatea, rezistenţa mecanică, plasticitatea, tenacitatea, proprietăţile magnetice, călibilitatea etc.). Determinarea cantităţii de constituenţi structurali (ferită. perlită, cementită) permite aprecierea proprietăţilor mecanice şi a conţinutului de carbon ale oţelurilor. La fontele de turnătorie se determină cantitatea de formaţiuni de grafit, la oţeluri cantitatea de incluziuni nemetalice, iar la piesele sinterizate porozitatea.

De exemplu în fig.6.2,a rezultă că $z_{ob} = 14$; $z_{oc} = 38$ şi $d_{ob} = 0{,}02$ mm, iar $d_{oc} = \frac{0{,}02 \cdot 14}{38} = 0{,}00737$ mm. Valoarea determinată este valabilă numai pentru obiectivul folosit, la schimbarea obiectivului determinarea trebuie repetată.

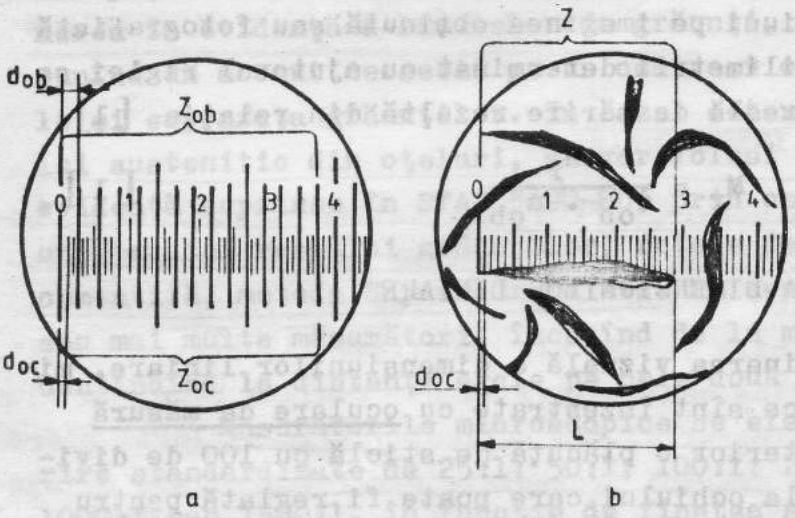


Fig.6.2. Măsurarea dimensiunilor liniare a-etalonarea ocularului de măsură; b-măsurarea lungimii unei lamele de grafit

b) Măsurarea propriu-zisă se realizează aşezînd proba de studiat pe măsuţa microscopului, în locul micrometrului obiectiv. După reglarea clarităţii imaginii, structura se va suprapune peste scara ocularului de măsură. Prin deplasarea probei şi rotirea ocularului de măsură (sau a măsuţei microscopului), scara oculară se va suprapune peste dimensiunea de măsurat (fig.6.2,b). Se citeşte numărul de diviziuni a scării ocularului de măsură de-a lungul dimensiunii de determinat z şi se calculează lungimea sau dimensiunea cu relaţia [3]:

$$L = d_{oc} \cdot z \text{ (mm)} \qquad [3]$$

De exemplu în fig.6.2,b se determină lungimea unei lamele de grafit, numărînd z = 29 de diviziuni. Astfel, lungimea va fi $L = 0{,}00737 \cdot 29 = 0{,}21373$ mm.

In cazul imaginilor proiectate sau fotografiate, lungimea se măsoară cu rigla milimetrică ℓ şi se împarte cu mărirea reală:

$$L = \frac{\ell}{M_r} \text{ (mm)} \qquad [4]$$

In mod asemănător se determină diametrul unor granule, grosimea straturilor sau adîncimea de pătrundere a tratamentelor termochimice.

6.3. DETERMINAREA MARIMII GRAUNTILOR

Mărimea grăunţilor cristalini din metale şi aliaje se poate exprima prin mai multe valori: D_{gr} - diametrul mediu al grăunţilor (mm); S_{gr} - suprafaţa medie a grăunţilor (mm^2); Z - numărul

Pentru obţinerea rezultatelor reale este importantă alegerea corectă a locurilor unde se execută determinările pe suprafaţa probei. In general se examinează o singură probă din şarjă, prelevată dintr-un loc ales la întîmplare, suprafaţa ei fiind de cel puţin 100 mm^2. Pregătirea şi atacul probelor se face pentru punerea în evidenţă a limitelor de grăunţi, conform STAS 4203-74, punînd un accent deosebit pe un contrast cît mai mare între limitele şi suprafaţa grăunţilor. In cazul determinării mărimii grăuntelui austenitic din oţeluri, se vor folosi metodele de punere în evidenţă cuprinse în STAS 5490-80, prin cementare, oxidare, coroziune, atacul rostului grăunţilor, reţele de ferită, troostită sau cementită, metoda Snyder-Graff etc. Pe suprafaţa probei se fac 3 sau mai multe măsurători, începînd de la mijlocul suprafeţei şi continuînd la distanţe egale pe cele două diagonale.

Măsurătorile microscopice se efectuează la puteri de mărire standardizate de 25:1; 50:1; 100:1; 200:1; 400:1; 800:1; 1000:1 sau 1500:1, în funcţie de fineţea structurii cercetate. Puterea de mărire se alege în aşa fel ca în cîmpul vizual să fie 50-200 de cristalite. Valoarea puterii de mărire poate fi obţinută cu caracter informativ prin înmulţirea măririi obiectivului şi a ocularului. Pentru măsurători precise trebuie determinată mărirea efectivă a imaginii în ocularul microscopului sau pe hîrtia fotografică, folosind în acest scop micrometrul obiectiv din trusa de anexe a microscoapelor.

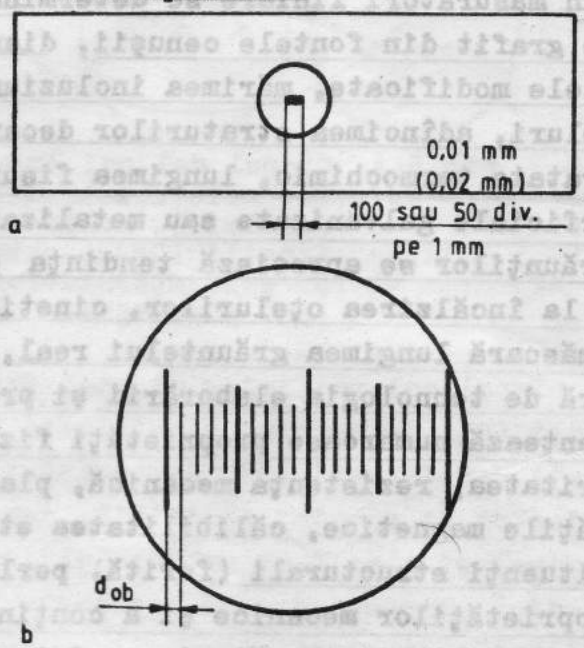


Fig.6.1. Micrometrul obiectiv
a-aspectul general; b-scara micrometrului obiectiv

Micrometrul obiectiv serveşte ca etalon pentru determinările microscopice şi este de fapt o plăcuţă de sticlă cu diametrul de 10 mm montată într-o placă de oţel (fig. 6.1,a). In mijlocul plăcuţei de sticlă un segment de 1 mm este împărţit în 50 sau 100 de diviziuni (fig.6.1,b).

Valoarea unei diviziuni este $d_{ob} = \frac{1}{50} = 0{,}02$ mm sau $d_{ob} = \frac{1}{100} = 0{,}01$ mm, în funcţie de numărul de diviziuni, valoare care este gravată şi pe placa metalică a micrometrului obiectiv.

Pentru determinarea puterii de mărire reale M_r, pe măsuţa microscopului, în locul probei va fi aşezat micrometrul obiectiv, păstrînd aceleaşi obiective şi oculare. Imaginea scării micrometrice urmează să fie fotografiată, sau proiectată pe placă mată, măsurînd apoi cu ajutorul unei rigle milimetrice lungimea a unui număr de n_{ob} = 10...100 diviziuni pe imaginea obţinută sau fotografiată şi mărită. Numărul de milimetrii determinat cu ajutorul riglei se notează cu n_r. Puterea reală de mărire rezultă din relaţia [1]:

$$M_r = \frac{n_r}{d_{ob} \cdot n_{ob}} \qquad [1]$$

6.2. MASURAREA DIMENSIUNILOR LINIARE

Pentru determinarea vizuală a dimensiunilor liniare, microscoapele metalografice sînt înzestrate cu oculare de măsură speciale, care au în interior o plăcuţă de sticlă cu 100 de diviziuni pe 10 mm şi lentila ochiului care poate fi reglată pentru a face clară scara în funcţie de ochiul operatorului. Ocularul de măsură se poate recunoaşte prin litera M înscrisă în faţa cifrei puterii de mărire (M7x). Pentru a uşura citirea scării, fiecare a cincea diviziune este mai lungă şi a zecea este numerotată de la 0 la 10. Măsurătoarea se realizează în două etape: a) etalonarea scării ocularului de măsură şi b) măsurarea propriu-zisă.

a) Etalonarea scării ocularului se execută montînd la microscop ocularul de măsură şi micrometrul obiectiv pe măsuţa microscopului. Se reglează claritatea scării ocularului şi apoi se aduce scara micrometrului obiectiv în cîmpul vizual al microscopului, reglînd de asemenea şi claritatea acesteia. Prin deplasarea măsuţei microscopului şi rotirea ocularului se vor potrivi cele două scări în aşa fel încît să fie suprapuse, paralele şi primele diviziuni să fie suprapuse, conform fig.6.2,a. Se caută încă o pereche de diviziuni suprapuse la cele două scări, determinînd z_{ob} - numărul de diviziuni la scara micrometrului obiectiv între cele două perechi de diviziuni suprapuse şi z_{oc} - numărul de diviziuni la scara ocularului de măsură între începutul scării şi diviziunile suprapuse. Valoarea unei diviziuni a scării ocularului de măsură rezultă din relaţia [2]:

$$d_{oc} = \frac{d_{ob} \cdot z_{ob}}{z_{oc}} \text{ (mm)} \qquad [2]$$

de grăunţi pe o suprafaţă unitară ($1/mm^2$) şi N - punctajul de granulaţie. Dependenţa dintre valorile caracteristice pentru mărimea grăunţilor rezultă din relaţiile [5], [6],[7], [8]. La calculul suprafeţei grăunţilor se consideră că grăunţii au formă sferică.

$$S_{gr} = \frac{\pi \cdot D_{gr}^2}{4} \ (mm^2) \quad [5] \qquad S_{gr} = \frac{1}{Z} \quad [6]$$

$$Z = 16 \cdot 2^{N-1} = 2^{N+3} \quad [7] \qquad N = \frac{\log Z}{\log 2} - 3 \quad [8]$$

In tabelul 6.1 se dau valorile mărimii grăunţilor la diferite punctaje de granulaţie, în sistemul metric, conform STAS 5490-80. In tabel s-a precizat şi valoarea diametrului convenţional mediu a grăunţilor D_{conv}, necesar determinărilor prin metoda

Tabelul 6.1

Valorile dimensiunii grăunţilor la diferite punctaje de granulaţie

Punctajul N	Diam. mediu D_{gr} (mm)	Diam. convenţ. D_{conv} (mm)	Suprafaţa grăunt. S_{gr} (mm^2)		Nr. grăunţi Z ($1/mm^2$)		Numărul n mediu de grăunţi în mm^3
			minimă	maximă	minim	maxim	
-3	1,00	0,875	0,640	1,280	0,75	1,5	1
-2	0,694	0,650	0,320	0,640	1,5	3	2,7
-1	0,500	0,444	0,160	0,320	3	6	8
0	0,352	0,313	0,080	0,160	6	12	21
1	0,250	0,222	0,040	0,080	12	24	64
2	0,177	0,167	0,020	0,040	24	48	179
3	0,125	0,111	0,010	0,020	48	96	512
4	0,088	0,0788	0,005	0,010	96	192	1446
5	0,060	0,0553	0,0025	0,005	192	384	4096
6	0,041	0,0391	0,00125	0,0025	384	768	11417
7	0,031	0,0267	0,000625	0,00125	768	1536	32768
8	0,022	0,0196	0,000312	0,000625	1536	3072	92160
9	0,015	0,0138	0,000156	0,000312	3072	6144	262144
10	0,012	0,0099	0,000078	0,000156	6144	12288	737280
11	0,0079	0,0069	0,000039	0,000078	12288	24576	2097152
12	0,0056	0,0049	0,000019	0,000039	24576	49152	5930808
13	0,0039	0,0032	0,000010	0,000020	49152	98304	16777216
14	0,0027	0,0027	0,000005	0,000010	98304	196608	47448064

intersectărilor. In practică se consideră că o structură este fină dacă punctajul de granulaţie se află între 6-10, este foarte fină cu punctajul peste 10, are granulaţie medie între 3-6 şi este grosolană avînd punctajul sub 2.

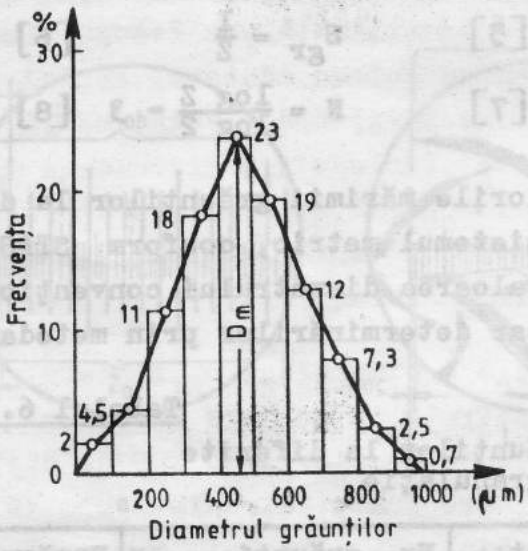


Fig.6.3. Determinarea diametrului mediu de grăunţi din curba granulometrică de frecvenţă

Structurile sînt alcătuite, de regulă, din grăunţi de mărime diferită, astfel încît mărimea grăunţilor variază după o repartiţie granulometrică între limite bine determinate. Repartizarea granulometrică poate fi reprezentată prin curbe de frecvenţă a numărului de grăunţi în funcţie de mărimea lor sau prin curbe cumulative, frecvenţa fiind procentajul grăunţilor de o anumită mărime din totalul de grăunţi aflaţi pe suprafaţa de studiu. Ca urmare, pentru caracterizarea mărimii grăunţilor trebuie luat în considerare diametrul mediu D_m, ca valoare care apoi permite determinarea punctajului de granulaţie.

Pentru determinarea valorii medii a diametrului grăunţilor din histograma sau curba granulometrică de frecvenţă (fig.6.3), se foloseşte relaţia [9]:

$$D_m = D + \frac{\frac{m}{2} - (\sum f)}{f_m} \cdot c \qquad [9]$$

unde: D - clasa de granulaţie care se află înaintea clasei medii;
m - numărul total de valori măsurate în procente de frecvenţă;
$\sum f$ - suma frecvenţelor claselor de granulaţie sub cea medie;
f_m - frecvenţa clasei medii;
c - mărimea intervalului clasei de granulaţie.

Conform exemplului din fig.6.3 au fost determinate 10 clase de granulaţie, cu intervale de 100 μm, mărimea clasei mai mici este de D = 400 μm, frecvenţa clasei medii f_m = 23 %, iar suma frecvenţelor mai mici este de f = 2 + 4,5 + 11 + 18 = 35,5 %.

Mărimea medie a grăunţilor este de $D_m = 400 + \frac{100/2 - 35,5}{23} = 464\mu m$.

In practică sînt folosite mai multe metode pentru determinarea mărimii grăunţilor. Unele dintre ele sînt standardizate în STAS 5490-80 şi sînt mai simple şi rapide, dar mai puţin precise, iar altele mai complicate dar cu rezultate mai apropiate de realitate. Dintre metodele de determinarea a mărimii grăunţilor prezintă importanţă următoarele:

- metoda comparării vizuale a grăunţilor cu scări etalon;
- metoda intersectării grăunţilor;
- metoda numărării grăunţilor pe o suprafaţă cunoscută;
- metoda diagonalelor;
- metoda planimetrică etc.

6.3.1. Metoda comparării vizuale a grăunţilor

Se bazează pe compararea imaginii din ocularul microscopului cu etaloane prezentînd schematic structuri policristaline, corespunzătoare punctajelor de granulaţie de bază şi notarea punctajului cercului cu care imaginea structurii cercetate seamănă cel mai mult.

Cercurile etalon din scările de comparare sînt în aşa fel construite, încît la mărirea de 100:1 numărul de grăunţi schematizaţi să corespundă punctajului de granulaţie N, avînd în vedere că cercurile au diametrul de 79,8 mm, cu o suprafaţă de 50.000 mm^2, ceea ce corespunde unei suprafeţe cu diametrul 0,8 mm şi 0,5 mm^2 pe proba metalografică. Aceste scări etalon sînt cuprinse în STAS 5490-80, anexele 1, 2 şi 3 şi sînt prezentate în fig.6.4, cu remarca, că diametrul cercului a fost redus la 50 mm fără să fie modificată mărimea grăunţilor. Ca urmare, la utilizarea etaloanelor din fig.6.4, imaginea trebuie limitată prin diafragma de cîmp la un cerc cu diametrul de 0,5 mm pe suprafaţa probei. Mărirea microscopului trebuie să fie de 100:1 (se admite 90:1...105:1).

In cazul cînd dimensiunea grăunţilor nu poate fi studiată la mărirea de 100:1, se pot folosi alte măriri, determinînd punctajul de granulaţie cu ajutorul scărilor de 100:1. Se efectuează echivalarea punctajului la mărire standardizată, folosind datele din tabelul 6.2 sau relaţia [10]:

$$N = N_g \pm K \qquad [10]$$

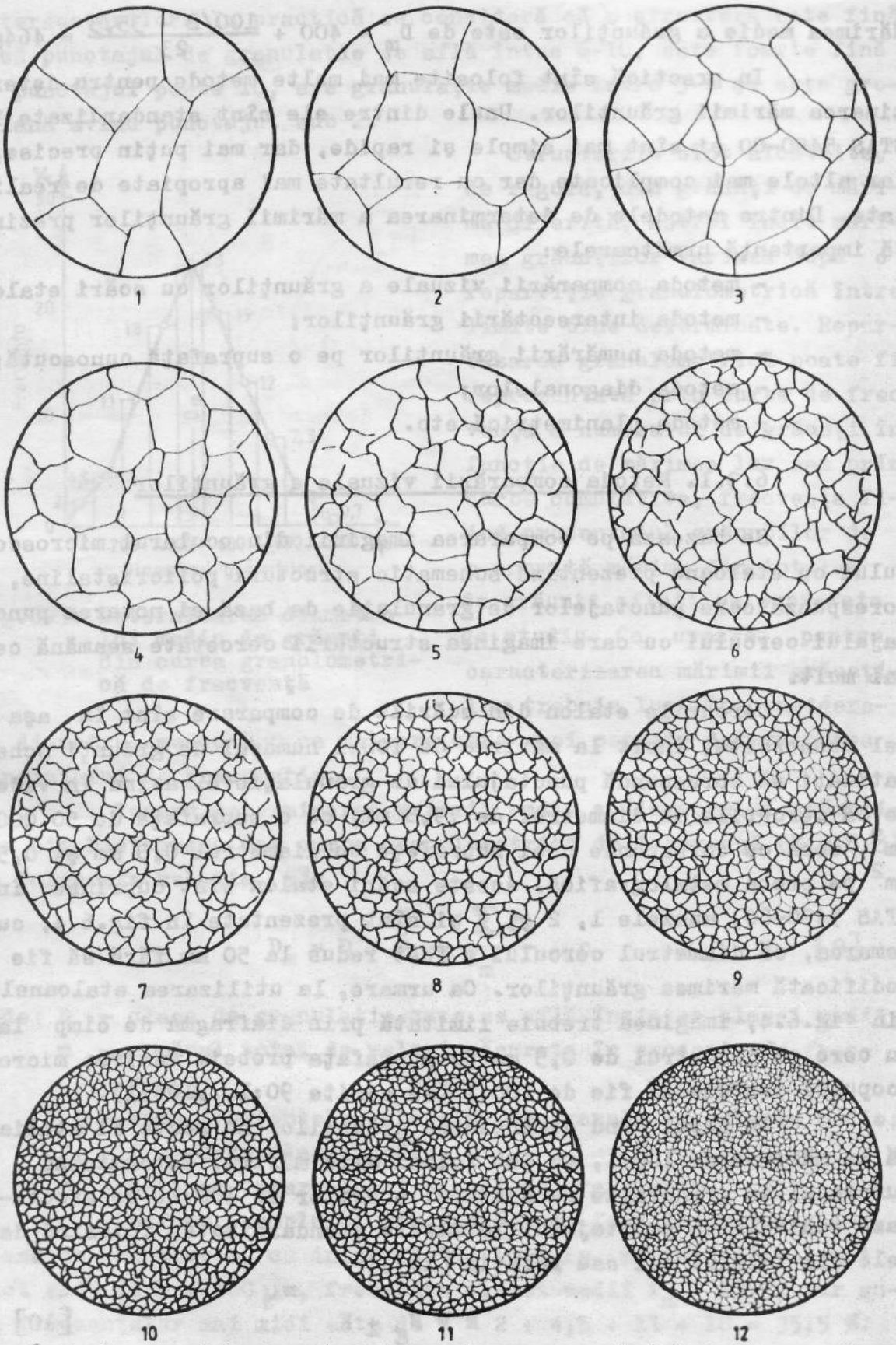


Fig.6.4. Scara etalon pentru determinarea punctajului de granulaţie a structurilor policristaline (100:1)

Tabelul 6.2

Echivalarea punctajului scărilor de etaloane pentru diferite puteri de mărire, la mărirea de 100:1

Mărirea; M	Punctajul de granulaţie; N																	
100:1	-3	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
25:1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	-	-	-	-	-	-	-	-
50:1	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	-	-	-	-	-	-
200:1	-	-	-	-	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	-	-
400:1	-	-	-	-	-	-	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
800:1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8

unde: N - punctajul la mărirea standard;

N_g - punctajul determinat la mărirea reală M_r;

$K = 6,6 \cdot \ln \frac{M_r}{100}$.

Dacă la o probă se găsesc mai multe mărimi de grăunţi, rezultatul poate fi exprimat fie prin punctajul mediu N_m, ca media aritmetică a punctajelor determinate, fie prin valorile reale ale punctajelor N_r arătînd în plus şi procentajul de suprafaţă ocupat de fiecare mărime de grăunţi ($N_r = 9_{40\%} + 7_{30\%} + 4_{30\%}$).

Metoda comparării fiind mai puţin precisă, se aplică la control, recepţie sau lucrări de serie.

6.3.2. Metoda intersectării grăunţilor

Se aplică în primul rînd pe placa de sticlă mată a microscopului sau pe microfotografii, determinînd diametrul convenţional mediu D_{conv} prin împărţirea lungimii cunoscute a unui segment trasat peste structura policristalină cu numărul de grăunţi intersectaţi de segmentul respectiv. Pentru determinări se trasează cel puţin trei linii drepte de aceeaşi lungime, în direcţii arbitrare, astfel ca să intersecteze cel puţin 10 grăunţi (fig.6.5,a). Mărirea imaginii se alege în aşa fel încît în interiorul cercului de Ø 79,8 mm sau al unui pătrat cu latura de 70,7 mm să se găsească minimum 50 de grăunţi.

Diametrul convenţional mediu rezultă din relaţia [11]:

$$D_{conv} = \frac{\sum L_s}{M_r \cdot \sum n_{gr}} \text{ (mm)} \qquad [11]$$

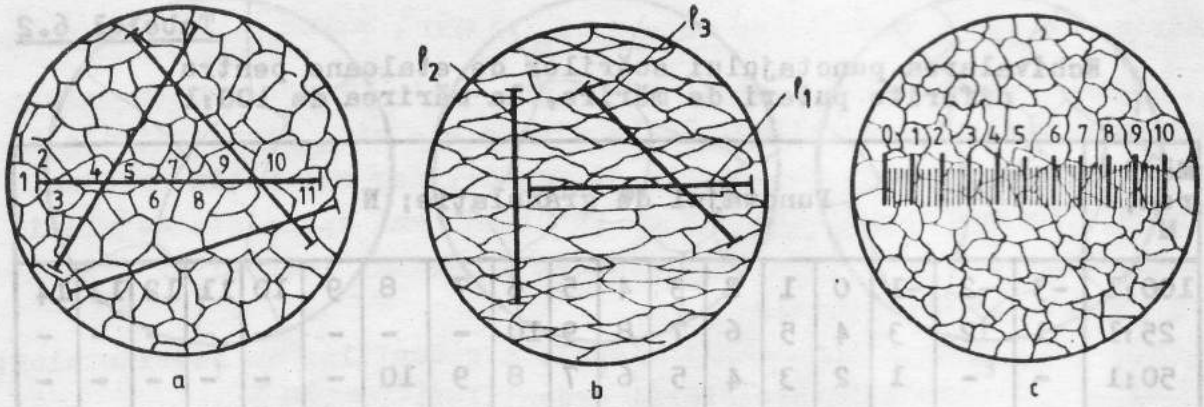


Fig.6.5.Determinarea mărimii grăunţilor prin metoda intersectărilor a-la o structură cu grăunţi echiaxiali; b-la o structură cu grăunţi alungiţi; c-cu ajutorul scării ocularului de măsură

unde: $\sum L_s$ - suma lungimii segmentelor trasate pe imagine (mm);

$\sum n_{gr}$ - suma numerelor de grăunţi intersectaţi;

M_r - puterea de mărire reală a imaginii, determinată după relaţia [1].

Punctajul de granulaţie se află din tabelul 6.1.

In cazul exemplului din fig.6.5,a au fost trasate 4 drepte de 40 mm, care intersectează n_{gr} = 11 + 7 + 7 + 9 grăunţi. Se consideră o mărire reală de M_r = 200. $D_{conv} = \frac{4 \cdot 40}{200(11 + 7 + 7 + 9)}$ = = 0,0228 mm, pentru care corespunde un punctaj de granulaţie de N=7.

In cazul grăunţilor neaxiali, alungiţi sau turtiţi se trasează trei segmente în aşa fel încît un segment să fie paralel cu axa grăunţilor alungiţi, iar al doilea perpendicular pe primul (fig.6.5,b).

Se numără grăunţii de-a lungul celor trei segmente şi se calculează numărul n de grăunţi cuprinşi într-un mm^3 de probă:

$$n = 0,7 \cdot n_1 \cdot n_2 \cdot n_3; \qquad [12]$$

In relaţia [12], 0,7 este un coeficient de neaxialitate, iar valorile n_1; n_2; n_3 reprezintă numărul de grăunţi pe 1 mm lungime de segment. $n_{1,2,3} = \frac{M_r \cdot n_{gr.1,2,3}}{L_{s.1,2,3}}$. Punctajul de granulaţie se obţine tot din tabelul 6.1.

Metoda intersectării poate fi folosită şi în cazul studiului vizual, folosind ca segment de referinţă lungimea totală a scării ocularului de măsură (fig.6.5,c). Cunoscînd valoarea unei diviziuni a scării oculare d_{oc}, determinată cu relaţia [2], se calculează lungimea scării: $L_{sc} = d_{oc} \cdot 100$ (mm). Se numără grăunţii de-a

lungul scării n_{gr} şi se determină diametrul convenţional $D_{conv} = \frac{L_{sc}}{n_{gr}}$ (mm). Se fac cel puţin 3 determinări pe direcţii şi locuri diferite, calculînd apoi media aritmetică a diametrelor, aflînd punctajul de granulaţie din tabelul 6.1.

6.3.3. Metoda numărării grăunţilor

Constă din numărarea grăunţilor aflaţi pe o suprafaţă cunoscută a probei şi determinarea suprafeţei medii a grăunţilor prin împărţirea suprafeţei de referinţă cu numărul de grăunţi. Puterea de mărire a microscopului se adoptă în aşa fel încît suprafaţa de referinţă să conţină 50...200 de grăunţi. Determinările se execută mai uşor dacă se analizează imaginea pe placa de sticlă mată sau pe microfotofragii, pe care se trasează ca suprafaţă de referinţă un cerc cu diametrul de 79,8 mm, un pătrat cu latura de 70,8 mm, sau dreptunghiuri de 65 x 77; 60 x 83; 55 x 91 sau 50 x 100 mm, toate reprezentînd o suprafaţă de 0,5 mm^2 pe proba metalografică, la mărirea de 100:1. In cadrul determinării (fig.6.6) se numără grăunţii cuprinşi în întregime în interiorul suprafeţei de referinţă n'_{gr} şi apoi separat grăunţii întretăiaţi de circumferinţa cercului sau perimetrul pătratului n''_{gr}, exceptînd grăunţii din colţurile pătratului. Numărul total de grăunţi rezultă din relaţiile [13] şi [14]:

- în cazul cercului: $n_{gr} = n'_{gr} + 0,5\, n''_{gr}$ [13]
- în cazul pătratului sau dreptunghiului: $n_{gr} = n'_{gr} + 0,5 n''_{gr} + 1$ [14]

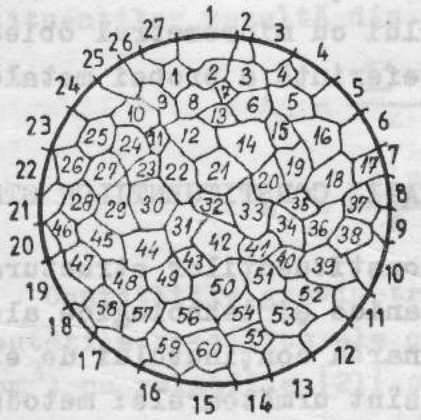


Fig.6.6. Determinarea mărimii grăunţilor prin metoda numărării

Numărul de grăunţi pe 1 mm^2 suprafaţă a probei Z, la o mărire de 100:1, în suprafeţe de referinţă standardizate se calculează după formula [15]:

$$Z = 2 \cdot n_{gr} \qquad [15]$$

La alte măriri decît 100:1, Z va fi:

$$Z = 2 \cdot f \cdot n_{gr} = 2 \cdot \left(\frac{M_r}{100}\right)^2 \cdot n_{gr} \qquad [16]$$

unde $f = \left(\frac{M_r}{100}\right)^2$ este coeficientul lui Jeffries.

Suprafaţa medie S_{gr} şi diametrul grăunţilor D_{gr} se determină cu relaţiile [17] şi [18]:

$$S_{gr} = \frac{1}{Z} \ (mm^2) \qquad [17]$$

$$D_{gr} = \frac{1}{\sqrt{Z}} \ (mm) \qquad [18]$$

Se examinează de asemenea cel puţin trei cîmpuri diferite, se calculează media aritmetică a rezultatelor şi se determină punctajul de granulaţie din tabelul 6.1.

In fig.6.6 se prezintă un cerc de referinţă cu diametrul de D_r = 50 mm, la o mărire reală de M_r = 200, în care se găsesc n'_{gr} = 60 grăunţi întregi şi n''_{gr} = 27 grăunţi întretăiaţi de circumferinţa cercului. Suprafaţa medie a grăunţilor va fi:

$$S_{gr} = \frac{\pi \cdot D_r^2}{4 \cdot M_r^2 \cdot (n'_{gr} + 0,5\ n''_{gr})} = \frac{\pi \cdot 50^2}{4 \cdot 200^2 \cdot (60 + 0,5 \cdot 27)} = 0,000666\ mm^2$$

Numărul mediu de grăunţi $Z = \frac{1}{S_{gr}} = \frac{1}{0,000666} = 1500\ \frac{1}{mm^2}$,

iar punctajul de granulaţie rezultă din tabelul 6.1, fiind de 7.

Metoda de mai sus se foloseşte în mod asemănător în cazul studiului vizual, folosind ca suprafaţă de referinţă cercul cîmpului vizual al ocularului care mai poate fi limitat şi cu ajutorul diafragmei de cîmp sau un ocular special avînd gravată o suprafaţă pătrată. In toate aceste situaţii se determină diametrul cîmpului vizual sau latura pătratului cu micrometrul obiectiv şi se calculează aria suprafeţei de referinţă a probei metalografice S_r.

6.4. DETERMINAREA CANTITATII CONSTITUENTILOR STRUCTURALI

Cunoaşterea cantităţii constituenţilor structurali permite aprecierea proprietăţilor mecanice şi tehnologice ale aliajelor şi în anumite condiţii determinarea conţinutului de elemente de aliere. Cele mai utilizate metode sînt următoarele: metoda analizei liniare; metoda punctelor; metoda cîntăririi fazelor decupate din microfotografii; metoda mesei de integrare; metoda scărilor etalon etc.

6.4.1. Metoda analizei liniare (metoda Rosiwal)

Se bazează pe măsurarea lungimilor constituentului structural de-a lungul unei drepte de referinţă de lungime cunoscută, care intersectează structura şi calculul procentajului volumetric al constituentului respectiv, din suma lungimilor măsurate şi lungimea totală a segmentului.

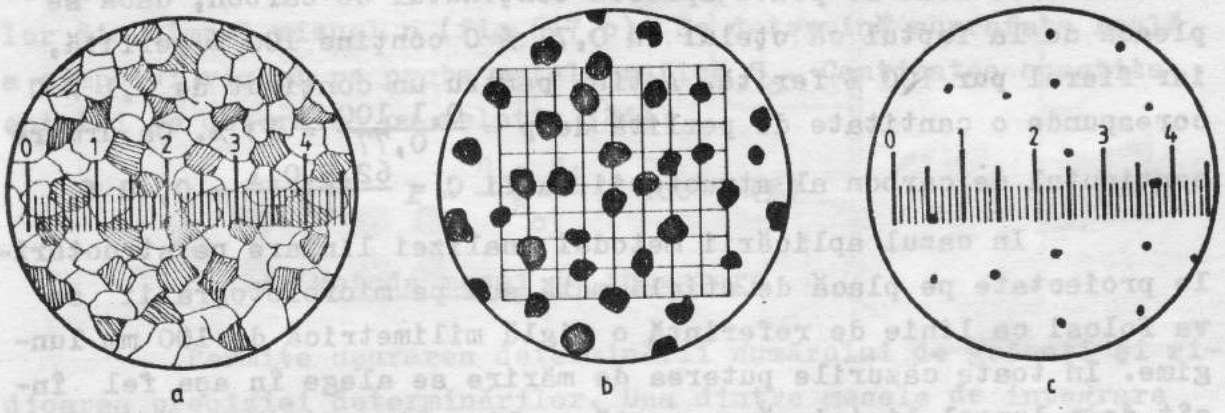


Fig.6.7. Determinarea cantităţii constituenţilor structurali prin metoda analizei liniare (a), metoda punctelor (b) şi în cazul incluziunilor nemetalice (c).

In cazul studiului vizual se foloseşte scara de 100 diviziuni a ocularului de măsură, care se suprapune peste structura de cercetat (fig.6.7,a). Se determină de-a lungul scării numărul de diviziuni z_a care cad peste constituentul A şi z_b peste constituentul B, z fiind numărul total de diviziuni a porţiunii de scară utilizată (dacă se foloseşte toată scara z = 100). Procentul volumetric al constituenţilor rezultă din relaţiile [19] şi [20]:

$$A_v = \frac{\sum z_a}{z} \cdot 100 \quad (\%) \qquad [19]$$

$$B_v = \frac{\sum z_b}{z} \cdot 100 \quad (\%) \qquad [20]$$

Cantităţile gravimetrice se pot calcula dacă sînt cunoscute greutăţile specifice ale constituenţilor structurali (γ_A; γ_B; g/cm^3) cu relaţiile [21] şi [22]:

$$A_g = \frac{A_v \cdot \gamma_A}{A_v \cdot \gamma_A + B_v \cdot \gamma_B} \cdot 100 \quad (\%) \qquad [21]$$

$$B_g = \frac{B_v \cdot \gamma_B}{A_v \cdot \gamma_A + B_v \cdot \gamma_B} \cdot 100 \quad (\%) \qquad [22]$$

In cadrul exemplului din fig.6.7,a se studiază o structură perlito-feritică, la care grăunţii de perlită sînt cuprinşi de următoarele diviziuni: $z_p = 5 + 6 + 6 + 4 + 4 = 25$, iar $z = 40$. Cantitatea de perlită va fi $P = \frac{25}{40} \cdot 100 = 62,5$ %, care aproape corespunde procentului de greutate, avînd în vedere diferenţa redusă de greutate specifică a perlitei şi feritei. In cazul oţelurilor răcite lent se poate aprecia conţinutul de carbon, dacă se pleacă de la faptul că oţelul cu 0,77 % C conţine 100 % perlită, iar fierul pur 100 % ferită. Astfel pentru un conţinut de 0,1 % C corespunde o cantitate de perlită de $p = \frac{0,1 \cdot 100}{0,77} = 13$ %. Ca urmare conţinutul de carbon al structurii va fi $C = \frac{62,5 \cdot 0,1}{13} = 0,48$ %.

In cazul aplicării metodei analizei liniare pe structurile proiectate pe placă de sticlă mată sau pe microfotografii se va folosi ca linie de referinţă o riglă milimetrică de 100 mm lungime. In toate cazurile puterea de mărire se alege în aşa fel încît de-a lungul liniei să se poată realiza 10...30 de citiri. Se fac cel puţin trei determinări pentru fiecare structură pe direcţii şi în locuri diferite.

6.4.2. Metoda punctelor

Se aplică pentru determinarea cantităţii constituenţilor structurali independenţi, de formă bidimensională (poligonală, globulară etc.). Se foloseşte un ocular avînd în cîmpul vizual marcată o suprafaţă pătrată cu reţea regtangulară (fig.6.7,b), care se suprapune peste structura de cercetat. Se numără punctele de intersecţie ale reţelei rectangulare care cad peste constituentul de determinat din interiorul suprafeţei n_1 şi punctele de la marginea suprafeţei pătrate n_2. Dacă numărul total al punctelor de intersecţie a reţelei este N, cantitatea constituentului de determinat rezultă din relaţia [23]:

$$A_v = \frac{n_1 + 0,5\, n_2}{N} \cdot 100 \quad (\%) \qquad [23]$$

In cazul exemplului din fig.6.7,b rezultă că $n_1 = 16$; $n_2 = 6$; iar $N = 81$. Cantitatea volumetrică de grafit nodular va fi $GN_v = \frac{16 + 0,5 \cdot 6}{81} \cdot 100 = 23,4$ %. Avînd în vedere că greutatea specifică a grafitului este $\gamma_{gr} = 2,3$ g/cm^3, iar a masei de bază

metalice de $\gamma_{Fe} = 7,8\ g/cm^3$, conţinutul de greutate al grafitului rezultă din relaţia [28]: $GN_g = \frac{23,4 \cdot 2,3}{23,4 \cdot 2,3 + 76,6 \cdot 7,8} \cdot 100 = 9,04\ \%$.

6.4.3. Determinarea cantităţii unor constituenţi mici

Se realizează prin măsurarea diametrului d_i a 5-10 particule, calculînd suprafaţa lor medie s_i, apoi numărarea granulelor din cîmpul vizual n (fig.6.7,c). Se determină suprafaţa reală a cîmpului vizual pe proba metalografică S_c. Cantitatea constituentului se determină cu relaţia [24]:

$$I = \frac{n \cdot s_i}{S_c} \cdot 100 \quad (\%) \qquad [24]$$

6.4.4. Metoda mesei de integrare

Permite uşurarea determinării numărului de grăunţi şi ridicarea preciziei determinărilor. Una dintre mesele de integrare moderne utilizate în practică este aparatul ZEISS ELTINOR 4, care funcţionează pe baza metodei punctelor, deplasarea probei şi înregistrarea numărului de grăunţi realizîndu-se cu un sistem mecano-electric. Aparatul se compune dintr-un dispozitiv de deplasare a probei (fig.6.8,a), care se montează pe măsuţa unui microscop metalografic şi un pupitru de comandă-înregistrare (fig.6.8,b). Proba metalografică se presează pe o plăcuţă metalică care se introduce între braţele dispozitivului. Tot corpul dispozitivului se poate deplasa în direcţia X prin rotirea tamburului micrometric (1), valoarea unei diviziuni corespunzînd unei deplasări de 0,02 mm. Apăsînt scurt pe unul dintre butoanele (8) de pe pupitrul de comandă, braţele cu proba se deplasează automat după axa Y cu valoarea pasului p, care se poate regla de la discul (2) şi tija (3). Mutînd discul (2) în direcţia 1 şi extrăgînd tija (3) pînă la primul, al doilea sau al treilea cerc, se obţin pasurile de 0,05; 0,3; 0,2 mm. Discul (2) în poziţia 2 permite obţinerea pasurilor de 0,1; 0,6; 0,4 mm. Pîrghia de tensionare (5) a arcului dispozitivului se întoarce în poziţia corespunzătoare pasului reglat. Pentru funcţionarea dispozitivului este necesară înarmarea arcului prin apăsarea pînă la refuz a manetei (4). Dispozitivul permite cercetarea unei suprafeţe de 24 x 24 mm pe proba metalografică.

Pupitrul de comandă şi înregistrare (fig.6.8,b) are 10 contoare de măsurare a impulsurilor parţiale (6) pentru înregistrarea constituenţilor structurali de determinat şi un contor

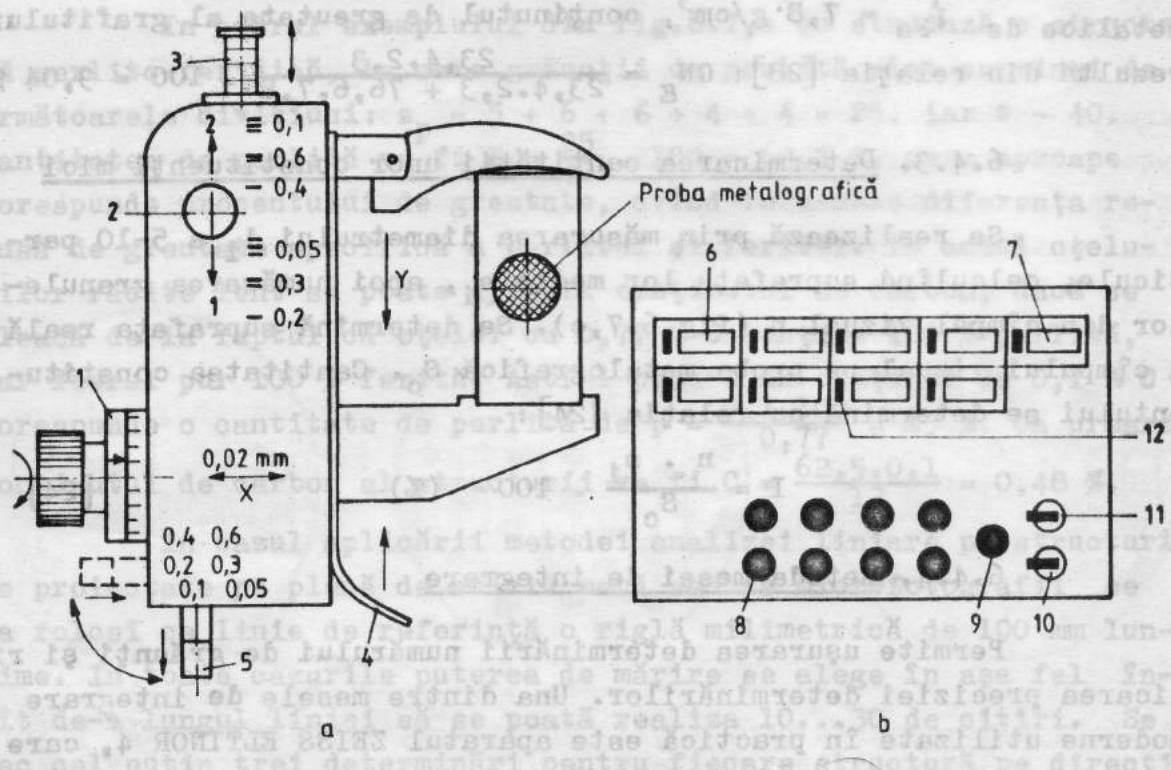


Fig.6.8. Masa de integrare ETLINOR 4, cu dispozitiv de deplasare a probei (a) şi pupitrul de comandă-înregistrare (b)
1-tamburul micrometric pentru deplasarea transversală a probei; 2-disc pentru reglarea pasului de deplasare longitudinală Y; 3-tijă pentru reglarea pasului longitudinal Y; 4-maneta pentru înarmarea arcului de deplasare longitudinală Y; 5-pîrghia de tensionare a arcului; 6-contoare de numărare a grăunţilor; 7-contor centralizator; 8-butoane pentru înregistrarea constituenţilor; 9-buton centralizator; 10-întrerupător general; 11-întrerupătorul contoarelor; 12-buton pentru readucerea la zero a contoarelor

centralizator (7) pentru afişarea numărului total de impulsuri. Există 10 butoane (8) pentru înregistrarea constituenţilor structurali, care comandă în acelaşi timp deplasarea probei în direcţia Y cu valoarea pasului reglat şi acţionează asupra contorului corespunzător. Ca urmare pentru fiecare fază sau constituent din structură se adoptă un buton şi un contor. Observarea structurii se face printr-un ocular cu două diagonale rectangulare, punctul de intersecţie fiind reperul pentru identificarea grăunţilor.

Determinările se execută conform următoarei metode:

După montarea probei, a obiectivului şi a ocularului cu reper rectangular (în cîmpul vizual trebuie să apară 50...200 grăunţi), se determină mărimea medie a grăunţilor (din 3-10 măsurători) cu ajutorul tamburului micrometric, cu diviziunea de 0,02 mm. Se reglează valoarea pasului deplasării automate după axa Y cu ajutorul discului (2) şi a tijei (3), egal cu mărimea medie a grăunţilor. Se reglează maneta de tensionare a arcului (5) în poziţia

corespunzătoare pasului adoptat. Se înarmează mecanismul de deplasare automată a probei cu ajutorul manetei (4). Se aduce proba în poziţia de pornire din stînga, prin rotirea tamburului micrometric (1). După cuplarea pupitrului de comandă de la întrerupătorul (10) şi aducerea la zero a contoarelor cu ajutorul butoanelor (12), se trece la identificarea primului constituent structural de determinat sub punctul de intersecţie a reticulului ocular şi apăsarea pe primul buton (8) repartizat acestui constituent. Structura se deplasează în direcţia Y cu valoarea pasului şi contorul constituentului înregistrează un impuls. Apăsarea pe butonul respectiv se repetă pînă cînd sub reticul apare al doilea constituent. Se apasă pe butonul următor. Astfel, fiecărui constituent îi aparţine un buton şi un contor, pe care se acţionează cînd constituentul respectiv ajunge sub punctul de intersecţie a diagonalelor ocularului. Tastarea se continuă pînă la capătul cursei Y. Urmează deplasarea transversală a probei în direcţia X, prin rotirea tamburului micrometric cu valoarea pasului de mai sus, înarmarea cursorului (4) şi repetarea tastărilor. Se repetă operaţiile de tastare, deplasare transversală, înarmarea cursorului şi din nou tastarea constituenţilor pe noua linie, pînă la terminarea cercetării întregii suprafeţe a probei. Se trece la citirea numărului de impulsuri înregistrate de către contoarele parţiale ale constituenţilor structurali (n_A; n_B; n_C etc.) şi a numărului total de impulsuri N de pe contorul centralizator. Calculul procentajului de volum al constituenţilor structurali identificaţi se face cu ajutorul relaţiilor [25]. pentru transformarea valorilor obţinute în procente de greutate se vor folosi relaţiile [21] şi [22].

$$A_v = \frac{n_A}{N}.100\ (\%) \qquad B_v = \frac{n_B}{N}.100\ (\%) \qquad C_v = \frac{n_C}{N}.100\ (\%) \quad [25]$$

6.5. ANALIZA STRUCTURALA CANTITATIVA AUTOMATA

Analiza cantitativă automată a structurilor metalelor şi aliajelor cu ajutorul microscopului metalografic integrator de structură permite reducerea eferturilor de analiză, a timpului de lucru, mărirea preciziei determinărilor şi lărgirea posibilităţilor de investigaţie. Aparatul se compune dintr-un microscop metalografic şi un calculator care funcţionează pe principiul analizei liniare, prin baleierea întregii suprafeţe de cercetat şi înregistrarea semnalelor de reflexie care apar de pe limitele grăunţilor sau de

pe fazele sau constituenţii structurali cu grad de înnegrire diferit. Din viteza de baleiaj, timpul între semnalele de reflexie şi intensitatea semnalului, calculatorul determină şi afişează mărimea medie a grăunţilor, repartizarea granulometrică, cantitatea fazelor şi a constituenţilor structurali, forma grăunţilor, gradul de deformare etc. Mişcarea de baleiaj poate fi realizată de către spotul sursei de lumină (aparatul Flying-Spot), măsuţa microscopului prin acţionare cu motoare pas cu pas (microscopul Epiquant) sau pe baza analizei imaginii video (aparatul tip Quantimet).

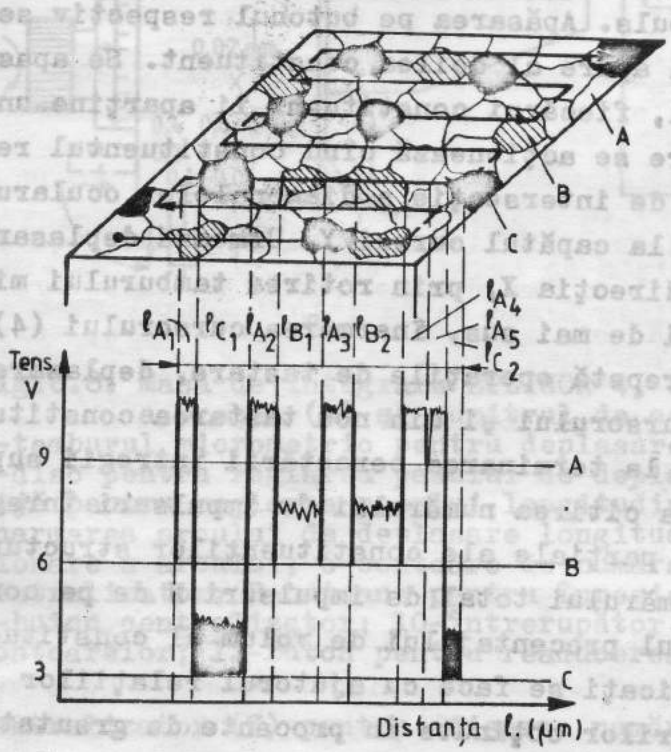


Fig.6.9. Principiul de baleiere a suprafeţei probei la analiza structurală automată.

Microscopul integrator de structură ZEISS EPIQUANT este destinat cercetărilor metalografice, dar poate fi utilizat şi la determinarea granulaţiei pulberilor, studiul pieselor ceramice sau a celor obţinute prin metalurgia pulberilor, analiza mineralelor etc., permiţînd determinarea mărimii grăunţilor între 1 şi 1024 μm. Principiul de baleiaj a suprafeţei probei rezultă din figura 6.9. Fascicolul luminos reflectat este transformat în semnal electric de către o fotocelulă, tensiunea curentului fiind variabilă în funcţie de gradul de reflexie a fazelor. Astfel se pot deosebi de exemplu trei nivele de tensiuni (9; 6; 3V) corespunzătoare nuanţelor fazelor cercetate albe (A), cenuşii (B) şi negre (C). Se înregistrează automat lungimile l_A, l_B, l_C a fazelor, lungimea totală de baleiaj L şi viteza de deplasare a măsuţei, valori din care apoi calculatorul determină caracteristicile structurale în funcţie de felul programării.

Aparatul de bază este un microscop metalografic cu măsuţă superioară (fig.6.10). Fascicolul luminos reflectat de pe suprafaţa probei este dirijat spre ocular, aparat fotografic şi un recep-

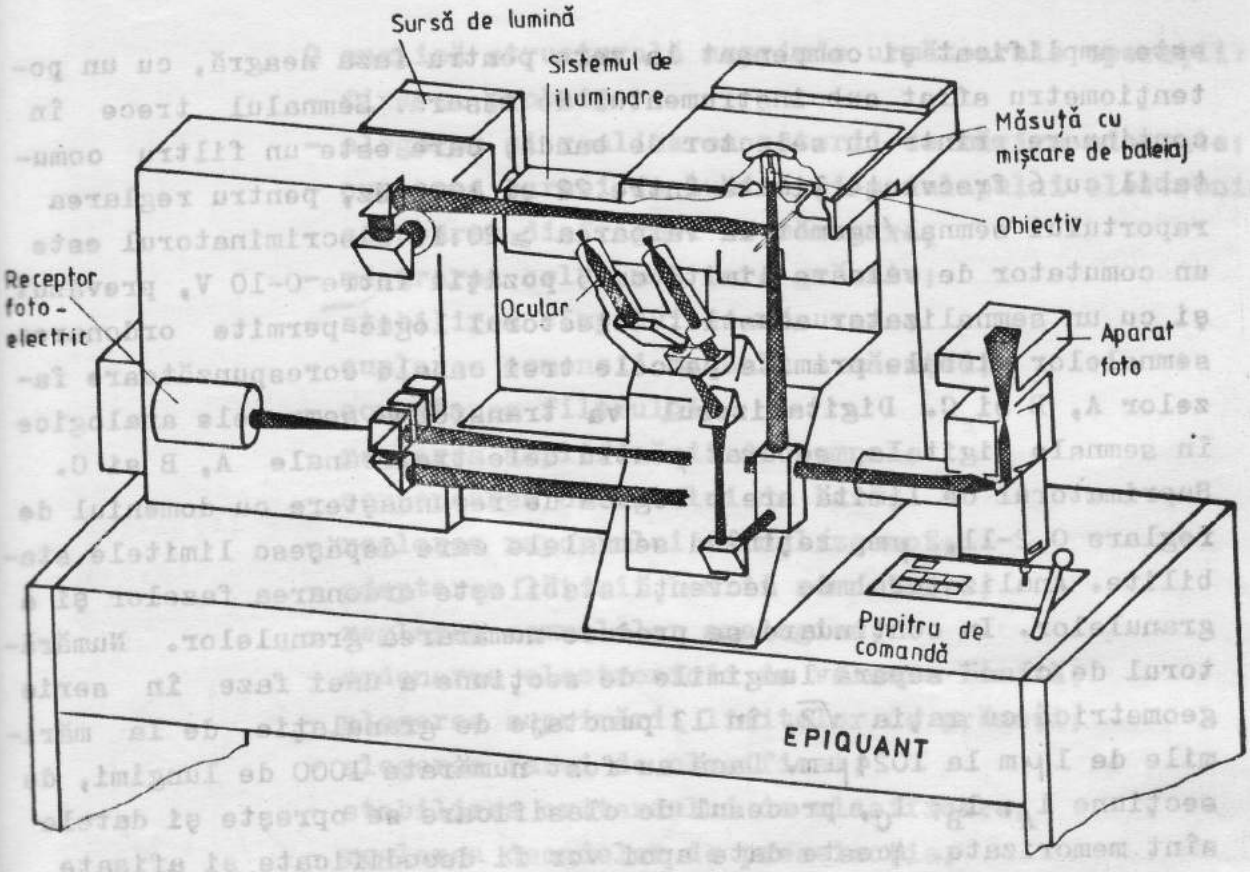


Fig.6.10. Drumul razelor de lumină în microscopul integrator de structură EPIQUANT

tor fotoelectric. Mărirea poate fi reglată între 50:1 şi 2000:1, dar pentru determinări curente se folosesc măriri de la 50:1 la 500:1. Aparatul este prevăzut cu trei diafragme de măsurare, cea de 0,2 mm, fiind destinată măsurării limitelor grăunţilor dintr-o structură monofazică (diametrul minim al fascicolului luminos pe suprafaţa probei va fi de 0,2/500 = 0,4 μm). Diafragma de 0,4 mm este utilizată la analiza structurilor bi-sau trifazice, iar diafragma de 2,5 mm se foloseşte la determinarea granulaţiei pulberilor şi a particulelor mai mari. Măsuţa poate executa mişcări de baleiaj pe o suprafaţă maximă de 40 x 40 mm, dar cu ajutorul unui program electronic se pot realiza fără trepte baleiaje pe cîmpuri cu dimensiuni de 0,4 x 0,4 mm pînă la 32 x 32 mm. Viteza de deplasare în mişcarea de baleiaj se poate regla între 100 ... 1000 μm/s pentru determinări automate şi 5 ... 120 μm/s pentru analize semiautomate.

Schema bloc a microscopului integrator de structură este redată în fig.6.11. Semnalul analog de la receptorul fotoelectric

este amplificat şi compensat la zero pentru faza neagră, cu un potenţiometru aflat sub instrumentul de măsură. Semnalul trece în continuare printr-un selector de bandă, care este un filtru comutabil cu 6 frecvenţe limită între 22 şi 1000 Hz, pentru reglarea raportului semnal/zgomot la valoarea $\geq$ 20:1. Discriminatorul este un comutator de valoare limită cu 5 poziţii între 0-10 V, prevăzut şi cu un semnalizator acustic. Selectorul logic permite ordonarea semnalelor globale primite pe cele trei canale corespunzătoare fazelor A, B şi C. Digitalizorul va transforma semnalele analogice în semnale digitale, separat pentru cele trei canale A, B şi C. Suprimatorul de limită are o logică de recunoaştere cu domeniul de reglare 0,2-11,2 μm, reţinînd semnalele care depăşesc limitele stabilite. Analizatorul de secvenţă stabileşte ordonarea fazelor şi a granulelor. In continuare se produce numărarea granulelor. Numărătorul de clasă separă lungimile de secţiune a unei faze în serie geometrică cu raţia $\sqrt{2}$, în 13 punctaje de granulaţie, de la mărimile de 1 μm la 1024 μm. Dacă au fost numărate 1000 de lungimi, de secţiune l_A; l_B; l_C, procesul de clasificare se opreşte şi datele sînt memorizate. Aceste date apoi vor fi decodificate şi afişate printr-un număr de 5 cifre sau înregistrate cu ajutorul unei imprimante.

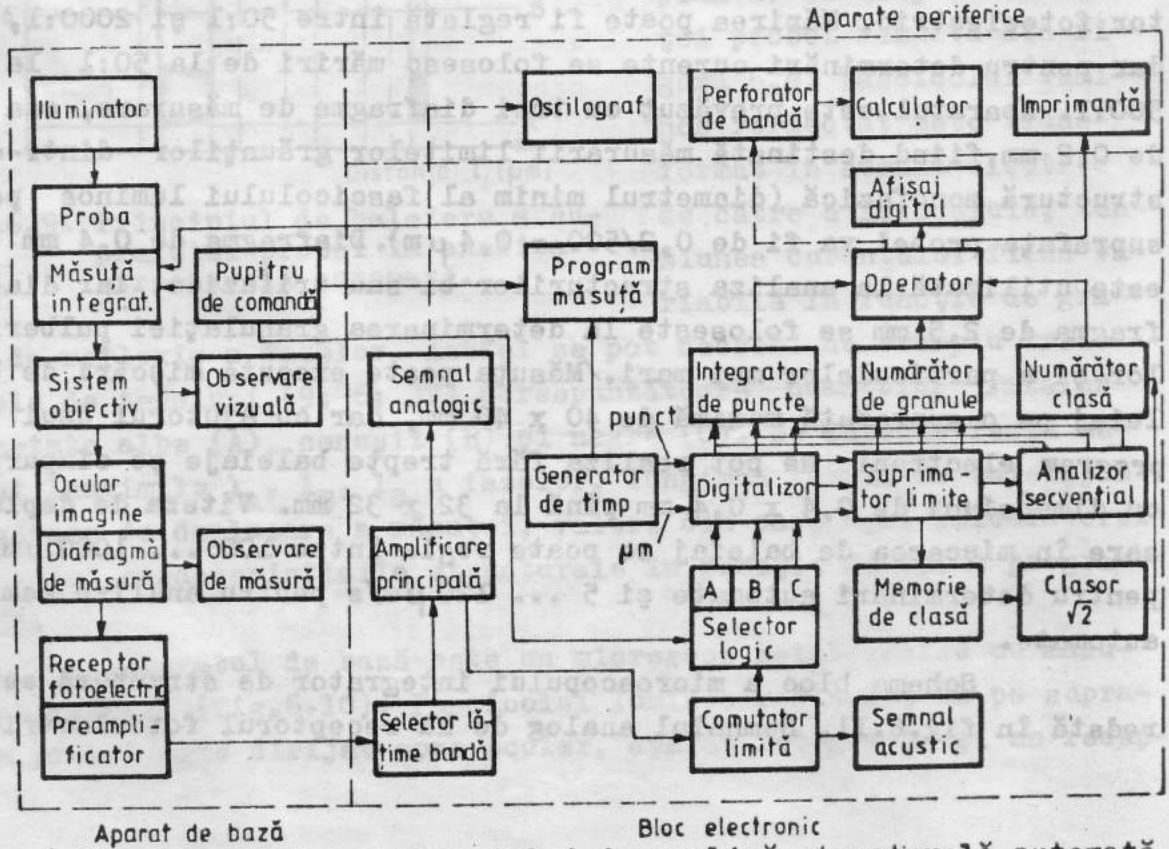


Fig.6.11. Schema bloc a aparatului de analiză structurală automată EPIQUANT

O analiză structurală cuprinde următoarele operaţii:

- fixarea probei;
- alegerea şi realizarea puterii de mărire adecvate;
- cuplarea sursei de lumină şi a dulapului electronic;
- adoptarea diafragmei de măsurare;
- măsurarea celui mai mare grăunte;
- stabilirea cîmpului de măsurare;
- cuplarea comenzii manuale a măsuţei;
- conectarea filtrului;
- reglarea amplificării de semnal;
- compensarea curentului de bază;
- reglarea raportului semnal/zgomot;
- adaptarea lăţimii benzii semnalului;
- reglarea semnalelor analogice;
- ordonarea electronicii de valoare limită;
- alegerea suprimării limitelor de grăunţi;
- alegerea fazei de clasificat;
- stabilirea criteriului de clasificare;
- reglarea decadelor de preselecţie;
- conectarea comenzii automate a măsuţei;
- poziţionarea măsuţei pe cîmpul de măsurare;
- stabilirea direcţiei de baleiaj;
- ştergerea memoriei numărătorului;
- declanşarea desfăşurării automate a analizei;
- citirea şi imprimarea datelor.

7

STUDIUL MICROSCOPIC IN LUMINA POLARIZATA

7.1. NOTIUNI INTRODUCTIVE

Lumina naturală sau artificială se caracterizează prin oscilaţii transversale care se produc în toate direcţiile (fig. 7.1,a). Lumina polarizată plan prezintă toate oscilaţiile într-o singură direcţie (b). Lumina mai poate fi polarizată circular (c) cînd extremităţile oscilaţiilor descriu un cerc, sau eliptic (d), cînd oscilaţiile descriu o elipsă. Lumina polarizată poate fi obţinută prin refracţia sau reflexia razelor de lumină la suprafaţa de separare a doi dielectrici (sticlă), prin dubla refracţie a razelor la trecerea printr-un cristal birefrigent (spat de Islanda), la trecerea luminii prin prisme polarizante (prisme Nicol), la trecerea prin lame de turmalină tăiate paralel cu axa lor optică sau cu ajutorul polaroizilor (plăci de celuloid avînd pe suprafaţa lor lipite mici cristale de iodosulfat de chinină, orientate la fel).

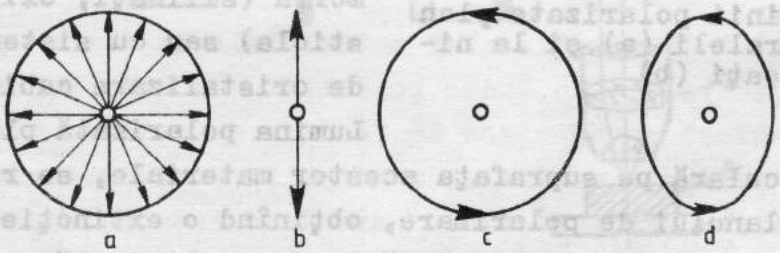


Fig.7.1. Oscilaţiile transversale la lumina obişnuită, nepolarizată (a), precum şi la lumina polarizată plan (b), polarizată circular (c) şi polarizată eliptic (d)

Studiul în lumină polarizată se realizează utilizînd două elemente optice: un polarizor, care transformă lumina obişnuită în cea polarizată plan şi un analizor, care permite determinarea proprietăţilor luminii reflectate de pe suprafaţa probei de cercetat. Dacă planul de polarizare a luminii reflectate nu suferă modificare şi analizorul este orientat optic la fel ca polarizorul (nicoli paraleli), lumina trece nestingherit prin analizor (fig.7.2,a). Dacă axa optică a analizorului este rotită cu 90° faţă de polarizor,

atunci în urma analizorului are loc o extincţie totală a razelor (fig.7.2,b). In cazul că proba de cercetat produce o rotire a planului de polarizare a lumini reflectate, prin rotirea analizorului pînă la extincţie totală se poate determina unghiul de rotire, caracteristic fiecărui material.

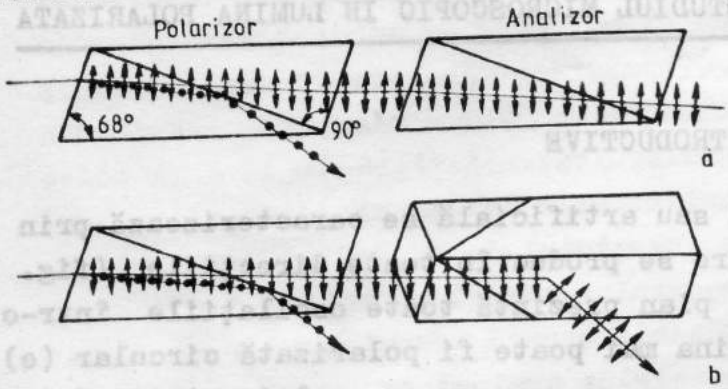


Fig.7.2. Trecerea luminii polarizate plan la nicoli paraleli (a) şi la nicoli încrucişaţi (b)

In funcţie de natura lor optică materialele pot fi de două feluri. Materialele izotrope care prezintă acelaşi proprietăţi optice în toate direcţiile cristalografice. Ele pot fi cu structură amorfă (silicaţi, oxizi, sticla) sau cu sistem de cristalizare cubic. Lumina polarizată plan, cu incidenţă perpendiculară pe suprafaţa acestor materiale, se reflectă fără rotirea planului de polarizare, obţinînd o extincţie totală în cazul nicolilor încrucişaţi. Dacă lumina polarizată cade înclinat, lumina reflectată va fi polarizată eliptic şi nu se obţine extincţie nici la nicoli încrucişaţi. Materialele anizotrope se caracterizează prin dependenţa proprietăţilor optice de direcţia cristalografică (la sisteme tetragonale, hexagonale, rombice etc.). Lumina polarizată plan, care cade perpendicular pe suprafaţa probei, se transformă la reflexie în lumină polarizată eliptic cînd axa optică a materialului este paralelă cu suprafaţa probei, care la nicoli încrucişaţi produce de patru ori minime şi maxime ale intensităţii luminoase, în funcţie de rotirea probei la 360°. Dacă axa optică a materialului este perpendiculară pe suprafaţa probei şi incidenţa luminii polarizate plan este de asemenea perpendiculară, materialele anizotrope se comportă ca şi cele izotrope.

7.2. DISPOZITIVELE MICROSCOAPELOR PENTRU STUDIUL IN LUMINA POLARIZATA

Microscoapele metalografice pentru studiul în lumină polarizată trebuie să fie înzestrate cu surse de lumină puternice pentru a putea observa fenomenele care au loc la nicoli încrucişaţi şi

şi cu măsuţă rotativă gradată pînă la 360° pentru studiul efectelor de anizotropie. Se folosesc obiective puternice acromatice (A = 0,25 - 0,85) sau cu imersie şi oculare de 10-20 x. Plăcuţa iluminatoare de sticlă optică are pe una din feţe o peliculă de sulfură de zinc pentru evitarea unor efecte de transformare a luminii polarizate plan în lumină polarizată eliptic.

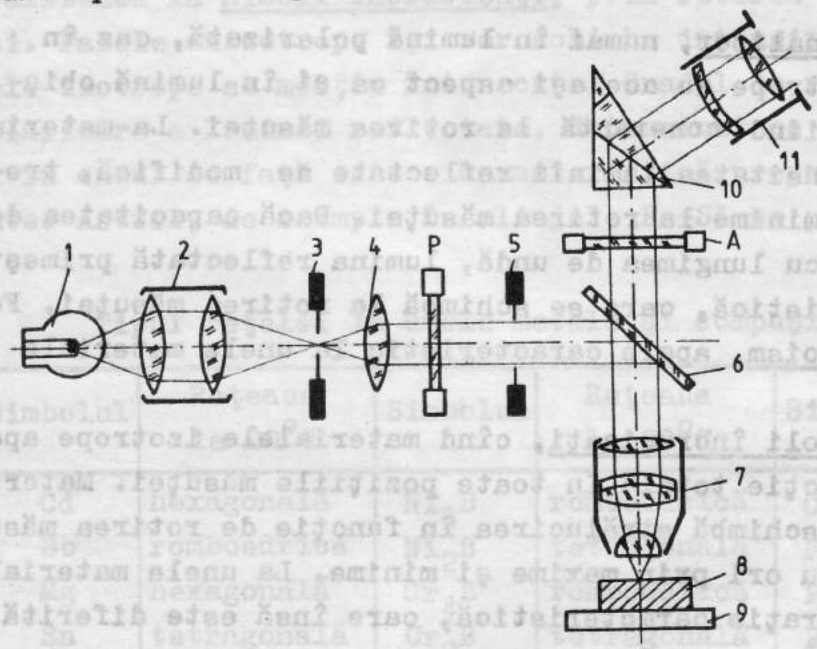


Fig.7.3. Schema optică a microscopului metalografic înzestrat pentru studiul în lumină polarizată
1-sursă de lumină; 2-condensor; 3-diafragmă de apertură; 4-lentilă iluminatoare; P-polarizor; 5-diafragmă de cîmp; 6-plăcuţă iluminatoare; 7-obiectiv; 8-probă metalografică; 9-măsuţa microscopului; A-analizor; 10-prismă; 11-ocular

Elementele polarizate sînt confecţionate din calcită sau polaroizi. Polarizatorul este plasat în sistemul de iluminare, în faţa plăcuţei iluminatoare, în poziţie fixă determinată de orientarea plăcuţei. Analizorul rotativ este intercalat între obiectivul şi ocularul microscopului (fig.7.3). O scară gradată permite citirea poziţiei analizorului pentru determinarea poziţiei planului de polarizare a luminii reflectate de către materialele anizotrope. Poziţia 0° a analizorului corespunde la nicoli paraleli, iar 90° la nicoli încrucişaţi.

7.3. STUDIUL MICROSTRUCTURII

Studiul în lumină polarizată al metalelor şi aliajelor este utilizat pentru punerea în evidenţă a structurii policristaline, pentru determinarea orientării cristalitelor, identificarea fazelor, aprecierea stării de tensiuni interne şi a influenţei deformaţiilor plastice, precum şi pentru cercetarea peliculelor subţiri. Probele metalografice se lustruiesc îngrijit, ca să nu se formeze

zgîrieturi, denivelări, asperităţi sau smulgeri de material, care să apară luminoase în lumină polarizată la nicoli încrucişaţi. Este avantajoasă lustruirea electrolitică. Probele nu se atacă metalografic.

Studiul în lumină polarizată se realizează prin următoarele metode:

a). Fără analizor, numai în lumină polarizată, caz în care materialele izotrope au acelaşi aspect ca şi în lumină obişnuită, strălucirea fiind constantă la rotirea măsuţei. La materialele anizotrope intensitatea luminii reflectate se modifică, trecînd prin maxime şi minime la rotirea măsuţei. Dacă capacitatea de reflexie se schimbă cu lungimea de undă, lumina reflectată primeşte o coloraţie caracteristică, care se schimbă la rotirea măsuţei. Fenomenul numit pleocroism, apare caracteristic la unele materiale anizotrope.

b). Cu nicoli încrucişaţi, cînd materialele izotrope apar întunecate, cu extincţie totală în toate poziţiile măsuţei. Materialele anizotrope îşi schimbă strălucirea în funcţie de rotirea măsuţei, trecînd de patru ori prin maxime şi minime. La unele materiale şi aici apare o coloraţie caracteristică, care însă este diferită de cea de la pleocroism.

c). Cu analizor rotativ, se determină gradul de rotire a planului de polarizare introdus de materialele anizotrope. Pornind cu nicoli încrucişaţi, măsuţa este rotită pînă la strălucirea maximă a materialului cercetat, după care analizorul se roteşte pînă la extincţie totală a luminii, citind pe scara lui gradul de rotire a planului de polarizare.

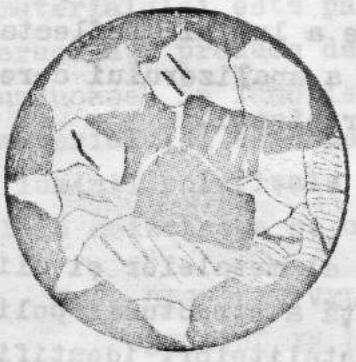


Fig.7.4. Structura zincului tehnic lustruit, în lumina polarizată, la nicoli încrucişaţi 50:1

Structura policristalină a metalelor anizotrope poate fi pusă în evidenţă pe probe lustruite şi neatacate, la nicoli încrucişaţi, datorită intensităţii variabile a luminii reflectate în funcţie de orientarea cristalografică a grăunţilor (fig.7.4), formîndu-se lumină polarizată eliptic cu grad diferit de elipticitate (Zn). Sînt metale la care are loc rotirea planului de polarizare (Sn). La unele metale, unde lipseşte reactivul adecvat, numai în lumină polarizată se poate pune în evidenţă structura

policristalină (U, Be). Metalele izotrope, nu influenţează lumina polarizată, însă prin atac metalografic puternic, sau prin formarea de pelicule superficiale subţiri pe grăunţi, se pot provoca efecte anizotrope.

Identificarea fazelor cu proprietăţi optice diferite se realizează la nicoli încrucişaţi, prin rotirea măsuţei microscopului. Fazele anizotrope îşi vor schimba intensitatea luminoasă, iar cele izotrope se menţin întunecate. Gradul de rotire a planului de polarizare a luminii reflectate, determinat cu analizorul rotativ, şi în cazul de faţă este o caracteristică proprie a fazelor cercetate. Astfel, de exemplu în aliajele Fe-Si se poate deosebi faza η

Tabelul 7.1

Tipul reţelei la unele metale şi compuşi din aliaje

Simbolul	Reţeaua la 20°C	Simbolul	Reţeaua la 20°C	Simbolul	Reţeaua la 20°C
Cd	hexagonală	Ni_3B	romboedrică	CrN	cubică
Sb	romboedrică	Ni_2B	tetragonală	Fe_4N	cubică
Mg	hexagonală	Cr_4B	romboedrică	Fe_3N	hexagonală
Sn	tetragonală	Cr_2B	tetragonală	Fe_2N	romboedrică
Ti	hexagonală	B_3Si	tetragonală	AlN	hexagonală
Zn	hexagonală	B_4Si	hexagonală	Cr_3Si	cubică
Mn	complexă	Fe_3C	ortorombică	CrSi	cubică
Co	hexagonală	WC	hexagonală	$CrSi_2$	hexagonală
Si	diamant	W_2C	hexagonală	FeSi	cubică
Fe	cubică v.c.	Cr_7C_3	trigonală	Fe_3Si	cubică
Al	cubică f.c.	Cr_4C	cubică	$FeSi_2$	tetragonală
Cr	cubică v.c.	TiC	cubică	Ni_3Si	cubică
Mo	cubică v.c.	VC	cubică	Ni_2Si	hexagonală
W	cubică v.c.	V_2C	hexagonală	NiSi	romboedrică
Ni	cubică f.c.	Mo_2C	hexagonală	$NiSi_2$	cubică
Cu	cubică f.c.	ZrC	cubică	Co_2Si	romboedrică
Au	cubică f.c.	HfC	cubică	CoSi	cubică
Ag	cubică f.c.	NbC	cubică	$CoSi_2$	cubică
B	ortohexagon.	Nb_2C	hexagonală	Fe_3P	tetragonală
grafit	hexagonală	Mn_3C	romboedrică	FeP	romboedrică
Fe_2B	tetragonală	Ti_3N	tetragonală	B_4C	romboedrică
FeB	romboedrică	TiN	cubică	SiC-α	romboedrică
		Cr_2N	hexagonală	SiC-β	cubică

anizotropă de faza ε izotropă, sau la oţelurile aliate se pot deosebi carburile de crom de tip Cr_7C_3 puternic anizotrope cu reţea tetragonală, de Cr_4C izotropă cu reţea cubică. La fel apar diferit fazele în oţelurile călite, austenita reziduală fiind izotropă, faţă de martensita anizotropă. In tab.7.1 sînt date reţelele cristaline ale unor metale, faze şi compuşi intermetalici mai des întîlniţi în practică.

Determinarea stării tensionate şi a efectului de deformaţii plastice se bazează pe faptul că materialele izotrope tensionate devin anizotrope, influenţînd lumina polarizată (efect de fotoelasticitate).

La cercetarea microscopică a metalelor şi aliajelor în lumină polarizată trebuie avut în vedere că se pot forma efecte false, care introduc elipticitatea luminii reflectate şi produc luminescenţa la nicoli încrucişaţi, caracteristică materialelor anizotrope. Astfel de efecte false pot apare pe suprafeţe rugoase, din cauza feţelor înclinate ale zgîrieturilor sau ale fazelor dure rămase în relief, sau din cauza ecruisării suprafeţelor supralustruite care provoacă reflexii luminoase la nicoli încrucişaţi, acoperind materialul cercetat, izotrop.

7.4. STUDIUL INCLUZIUNILOR NEMETALICE

Scopul studiului în lumină polarizată al incluziunilor nemetalice este identificarea naturii acestora din oţeluri, fonte şi alte metale sau aliaje. Se recomandă folosirea obiectivelor puternice uscate (40-60 x) sau cu imersie (80-100 x), cercetarea realizîndu-se în lumină obişnuită în cîmp luminos, în cîmp întunecat, apoi în lumină polarizată plan fără analizor, iar în final cu analizor încrucişat şi masă rotativă.

Incluziunile nemetalice pot fi izotrope sau anizotrope, transparente, opace sau colorate, pentru toate lungimile de undă, sau numai pentru anumite lungimi. De asemenea pot apare efecte false dacă se produce sfărîmarea incluziunilor, dacă suprafaţa rezultă rugoasă, sau dacă vor fi incluziuni rămase în relief de la lustruire din cauza duritătţii mai mari. Toate aceste efecte produc polarizarea eliptică a luminii plan polarizate, ceea ce face ca incluziunea să apară luminoasă la nicoli încrucişaţi, chiar dacă este izotropă. Astfel, de exemplu o incluziune sticloasă dură, care este în formă de cupolă va fi luminoasă la nicoli încrucişaţi, avînd

pe suprafaţă o cruce neagră care rămîne fixă la rotirea măsuţei cu proba (fig.7.5,a). La incluziuni de formă pătrată marginile înclinate în relief vor fi de patru ori luminoase şi întunecate la o rotaţie a măsuţei.

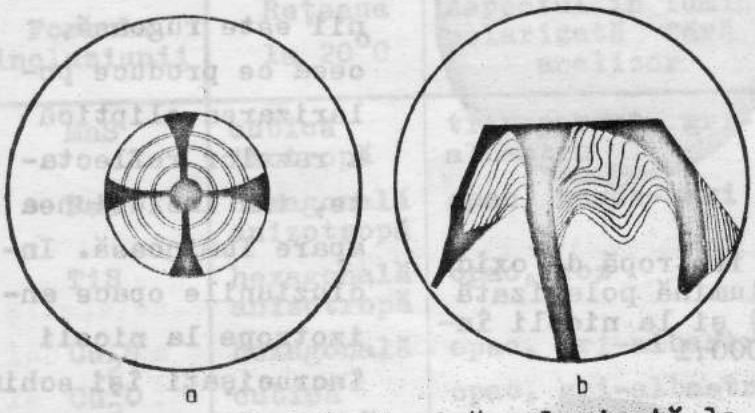


Fig.7.5. Aspectul în lumină polarizată la nicoli încrucişaţi a unor incluziuni transparente
a-silicat de mangan ($MnO.SiO_2$); b-sulfură de mangan (MnS), 1200:1

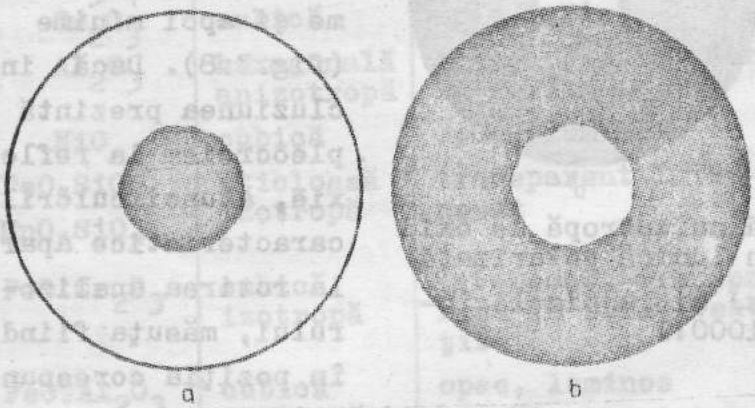


Fig.7.6. Incluziune transparentă anizotropă de silicat de fier ($FeO.SiO_2$) în lumină polarizată fără analizor (a) şi la nicoli încrucişaţi (b), 1000:1

Incluziunile transparente în lumină obişnuită sau chiar polarizată fără analizor apar întunecate din cauza absorbţiei razelor pătrunse în adîncime. Dacă transparenţa are loc pentru anumite lungimi de undă, incluziunea se colorează. Această culoare proprie este însă de multe ori mascată de către razele reflectate de pe suprafaţa exterioară, fenomen ce se poate evita prin folosirea obiectivelor cu imersie. Sînt frecvente cazurile cînd razele reflectate de pe suprafaţa exterioară a incluziunii, interferează cu cele reflectate de pe bază, dînd naştere la linii de interferenţă (fig.7.5,b). La nicoli încrucişaţi, incluziunile transparente izotrope apar în culoarea proprie, deoarece prin analizor trec numai razele polarizate eliptic, care se reflectă pe baza incluziunii. Incluziunile transparente anizotrope rămîn luminoase la nicoli încrucişaţi, deoarece se produce polarizarea eliptică a razelor care au suferit o dublă refracţie la parcurgerea incluziunii (fig.7.6).

Incluziunile opace în lumină nepolarizată sau polarizată fără analizor se prezintă luminoase din cauza reflexiei totale a razelor de lumină. Studiate în lumina polarizată plan, la nicoli încrucişaţi, incluziunile opace izotrope vor fi întunecate la toate

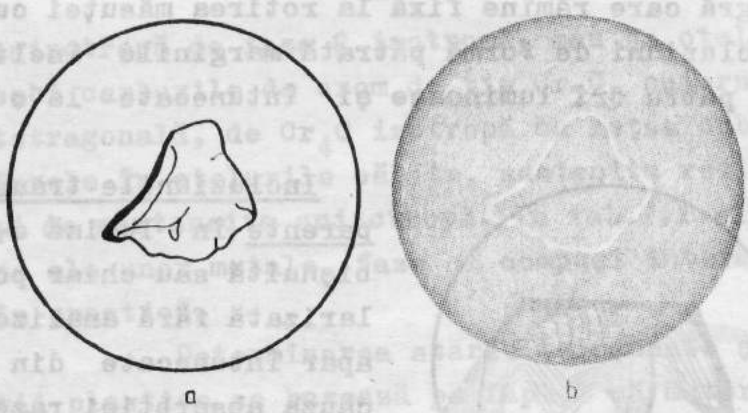


Fig.7.7. Incluziune opacă izotropă de oxid feros (FeO), în lumină polarizată fără analizor (a) şi la nicoli încrucişaţi (b), 1000:1

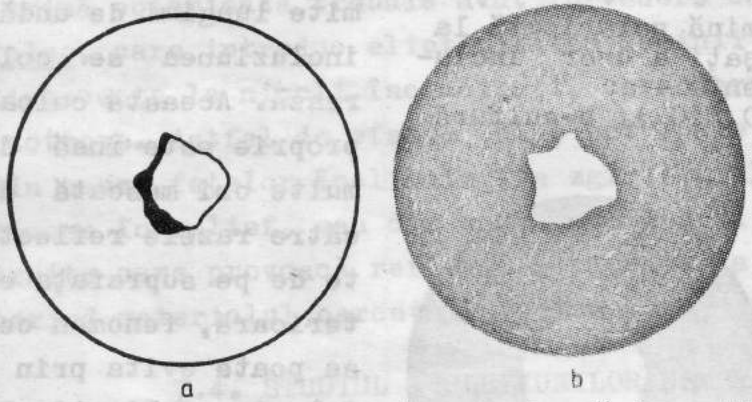


Fig.7.8. Incluziune opacă anizotropă de oxid feric (Fe_2O_3) în lumină polarizată fără analizor (a) şi la nicoli încrucişaţi (b), 1000:1

poziţiile măsuţei (fig.7.7). Excepţie formează cazul cînd suprafaţa incluziunii este rugoasă, ceea ce produce polarizarea eliptică a razelor reflectate, iar incluziunea apare luminoasă. Incluziunile opace anizotrope la nicoli încrucişaţi îşi schimbă strălucirea la o tură a măsuţei microscopului, trecînd de patru ori prin maxime şi apoi minime (fig.7.8). Dacă incluziunea prezintă pleocroism la reflexie, atunci culorile caracteristice apar la rotirea analizorului, măsuţa fiind în poziţia corespunzătoare strălucirii maxime determinată cu nicoli încrucişaţi.

Unele date care ajută la identificarea incluziunilor nemetalice cu ajutorul luminii polarizate sînt prezentate în tabelul 7.2. Este cunoscut că nitrurile în general sînt opace şi izotrope (Fe_4N, TiN, ZrN), însă nitrura de aluminiu (AlN) este puternic anizotropă. La fel este anizotropă Fe_2N. Grafitul este anizotrop şi prezintă pleocroism accentuat, avînd culoarea cenuşie sau gri-cafenie deschisă. De asemenea sînt anizotrope incluziunile de oxid de staniu, beriliu etc.

Tabelul 7.2

Identificarea unor incluziuni nemetalice cu ajutorul luminii polarizate

Formula incluziunii	Reţeaua la 20°C	Aspectul în lumină polarizată fără analizor	Aspectul în lumina polarizată la nicoli încrucişaţi
MnS	cubică izotropă	transparent, gri-albastru	galben-portocaliu-verzuie
FeS	hexagonală anizotropă	opac, verde-kaki	strălucitor, cu anizotropie puternică
TiS	hexagonală anizotropă	opac, roz	pleocroism pronunţat roşu sau albastru
Cu_2S	hexagonală	opac, gri-albastru	gri-albastru
Cu_2O	cubică izotropă	opac, gri-albastru	carmin viu - culoare proprie
FeO	cubică	opac, luminos	întunecat
Fe_2O_3	hexagonală	opac, luminos	luminos-strălucitor
Fe_3O_4	cubică	luminos	întunecat
Cr_2O_3	cubică	opac, gri	verde viu
Al_2O_3	hexagonală anizotropă	opac, cenuşiu, dur, în relief	strălucitor
NiO	cubică	opac, luminos	negru
$FeO.SiO_2$ $MnO.SiO_2$	sticloasă izotropă	transparent întunecat	luminos, cu cruce optică fixă
$FeO.Cr_2O_3$	cubică izotropă	întunecat, transparent în strat subţire	roşu în straturi subţiri
$FeO.Al_2O_3$	cubică izotropă	opac, luminos	întunecat

8

DETERMINAREA MICRODURITATII

8.1. NOTIUNI INTRODUCTIVE

Microduritatea reprezintă duritatea Vickers a metalelor şi aliajelor, determinată cu sarcini mici de încercare (1-200 gf), folosind ca penetrator piramida de diamant cu bază pătrată şi unghiul la vîrf între feţele opuse de 136° (STAS 7057-78). Alegerea locului de încercare şi măsurarea amprentei se realizează cu ajutorul unui microscop cu reflexie, la o putere de mărire de 100:1 - 800:1. In studiul metalelor măsurare a amprentei se realizează cu ajutorul unui largă pentru identificarea fazelor şi constituenţilor structurali din aliaje, determinarea gradului de aliere a fazelor, cercetarea fenomenelor de difuzie, studiul straturilor superficiale, aprecierea gradului de ecruisare a fazelor, cercetarea recristalizării, studiul segregaţiilor, stabilirea orientării cristalitelor, aprecierea fragilităţii fazelor etc.

Microduritatea, ca şi duritatea Vickers, este dată de raportul între sarcina de încercare F şi aria suprafeţei amprentei S_p date de piramida de diamant:

$$HV = \frac{F}{S_p}$$

Deoarece urma lăsată de penetrator este de asemenea o piramidă cu unghiul la vîrf de 136°, prin măsurarea diagonalei d (mm) a amprentei se poate calcula suprafaţa:

$$S_p = \frac{d^2}{2} \sin \frac{136}{2} = \frac{1}{1,8544} d^2 \ (mm^2)$$

Ca urmare, dacă sarcina se exprimă în kgf, iar diagonala se măsoară în mm, microduritatea rezultă din următoarea relaţie:

$$HV = 1,8544 \frac{F}{d^2}$$

Dacă sarcina de încercare este exprimată în N:

$$HV = 0,102 \cdot 1,8544 \frac{F}{d^2} = 0,1891 \frac{F}{d^2}$$

Avînd în vedere că la măsurătorile de microduritate în cazul studiului metalelor, sarcina de încercare se aplică în gf, iar diagonala amprentei rezultă în microni, valoarea microduritătii va fi:

$$HV = 1854,4 \frac{F}{d^2} \quad (kgf/mm^2)$$

Sarcinile uzuale de încercare, conform STAS 7057-78, sînt date în tabelul 8.1. Microduritatea se exprimă prin valoarea determinată, urmată de simbolul HV, după care se scrie sarcina de încercare în kgf. Timpul de penetrare, de obicei, este de 10-15 s, iar dacă încercarea se face cu 30 s, această valoare se scrie după cifra reprezentînd sarcina de încercare, despărţită de aceasta cu o linie oblică. De exemplu o microduritate de 162 kgf/mm^2, determinată cu o sarcină de 50 gf se notează în modul următor (timpul de penetrare este de 10-15 s): 162 HV 0,05.

Tabelul 8.1

Sarcinile de încercare normalizate

N	0,0098	0,0196	0,049	0,098	0,196	0,49	0,98	1,96	4,95	9,8
kgf	0,001	0,002	0,005	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0
gf	1	2	5	10	20	50	100	200	500	1000

Microduritatea determinată chiar la acelaşi material prezintă o scădere cu creşterea sarcinii de încercare, fiind în funcţie de mărimea amprentei. Ca urmare, pentru a putea compara microduritatea determinată cu diferite sarcini de încercare, la diferite materiale, valorile obţinute trebuie recalculate pentru diagonalele standard de 5, 10 sau 20 μm. Microduritătile standard astfel determinate se notează prin indicarea valorilor diagonalelor, ca indice la simbolul de bază: $HV_{5\mu m}$; $HV_{10\mu m}$ sau $HV_{20\mu m}$.

Pentru determinarea microduritătilor standard se foloseşte metoda interpolării grafice, fiind necesare mai multe măsurători la acelaşi material, folosind diferite sarcini (de exemplu 5, 10, 20 şi 50 gf). Rezultatele trecute într-o diagramă avînd pe ordonată microduritatea, iar pe abscisă diagonala amprentei, vor permite trasarea curbei hiperbolice de microduritate (fig.8.1). Plecînd de la valorile standard ale diagonalelor se determină microduritătile standard (de exemplu 224 $HV_{5\mu m}$; 188 $HV_{10\mu m}$; 165 $HV_{20\mu m}$).

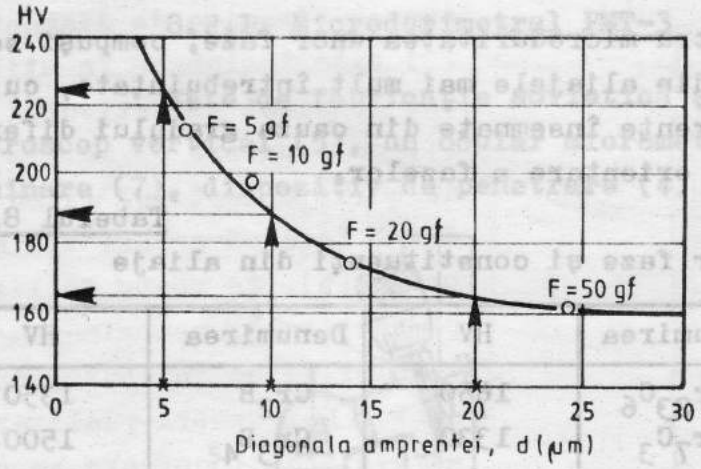


Fig.8.1. Variaţia microduritătţii în funcţie de diagonala amprentei

Reprezentînd microduritatea HV în funcţie de diagonala amprentei, în diagrame dublu logaritmice, curba hiperbolică de microduritate se transformă într-o dreaptă înclinată. Această reprezentare uşurează mult determinarea precisă a microduritătţilor standard, permite eliminarea erorilor de măsurare, precum şi a celor care apar din cauza unor neomogenităţi de material şi a greşelilor de calcul (fig.8.2). In aceeaşi diagramă poate fi trecută şi variaţia sarcinii de încercare în funcţie de diagonala amprentei, rezultînd de asemenea o dreaptă.

In cazul unor determinări comparative realizate asupra fazelor din acelaşi material, se măsoară microduritatea cu aceeaşi sarcină de încercare şi nu mai este necesară exprimarea rezultatelor prin microduritate standard. In tabelul 8.2 sînt date o serie

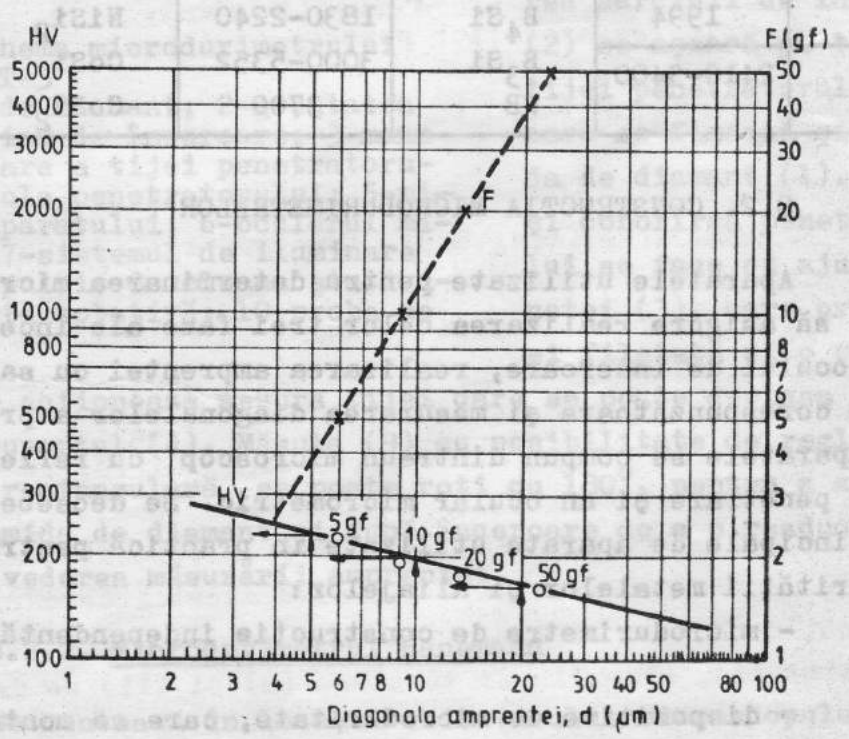


Fig.8.2. Reprezentarea în diagramă dublu logaritmică a sarcinii de încercare F şi a microduritătţii HV în funcţie de diagonala amprentei şi determinarea microduritătţilor standard

de valori informative pentru microduritatea unor faze, compuşi sau constituenţi structurali din aliajele mai mult întrebuinţate, cu remarca că pot apare diferenţe însemnate din cauza gradului diferit de aliere, ecruisare sau orientare a fazelor.

Tabelul 8.2

Microduritatea unor faze şi constituenţi din aliaje

Denumirea	HV	Denumirea	HV	Denumirea	HV
ferită	90- 200	$Cr_{23}C_6$	1650	Cr_2B	1350
austenită	180- 250	Cr_7C_3	1330	Cr_3B_4	1500
cementită	900-1500	Cr_3C	1350	CrB_2	2100
perlită	250- 350	WC	1780	Ni_3B	1150
martensită	900-1100	W_2C	3000	NiB_2	2575
cupru	40- 50	Mo_2C	1450	TiB_2	3370
alamă	60- 100	TiC	2600-3000	ZrB	3600
aluminiu	20- 30	ZrC	2925	Cr_3Si	1005
plumb	5- 10	VC	2095	Cr_3Si_2	1280
Cr_2N	1570	B_4C	4950	$CrSi_2$	700-1130
CrN	1090	$B_{12}C_2$	5600-5800	Ni_3Si	400
AlN	1225-1230	B_6Si	2470-2800	NiSi	256-400
TiN	1994	B_4Si	1830-2240	$NiSi_2$	1020
B	2410-3400	B_3Si	3000-5352	CoSi	115-300
		WB	3700	$CoSi_2$	322-550

8.2. CONSTRUCTIA MICRODURIMETRELOR

Aparatele utilizate pentru determinarea microdurităţii trebuie să asigure realizarea celor trei faze ale încercării: alegerea locului de încercare, realizarea amprentei cu sarcina de încercare corespunzătoare şi măsurarea diagonalelor amprentei. De regulă, aparatele se compun dintr-un microscop cu reflexie, un mecanism de penetrare şi un ocular micrometric. Se deosebesc două tipuri principale de aparate utilizate în practică pentru măsurarea microdurităţii metalelor şi aliajelor:

- microdurimetre de construcţie independentă (PMT-3, Leitz);
- dispozitive de microduritate, care se montează la microscoape metalografice (Hanemann, Reichert).

8.2.1. Microdurimetrul PMT-3

Este de fabricaţie sovietică şi se compune dintr-un microscop vertical (5), un ocular micrometric (6), sistem de iluminare (7), dispozitiv de penetrare (4) cu piramida de diamant (1) şi greutăţi schimbabile (2), batiu cu coloană verticală (8) şi masă rotativă micrometrică (9) pe care se aşează proba (10) (fig.8.3). Microscopul este prevăzut cu două obiective, care permit realizarea puterii de mărire de 135 şi 487:1 precum şi studiul în cîmp luminos şi în cîmp întunecat. Dispozitivul de penetrare (4) este montat în consolă pe coloana microscopului (5). Greutăţile pentru realizarea sarcinii de încercare (2) se aşează pe talerul tijei penetratorului, în care se fixează şi piramida de diamant (1). Ridicarea şi coborîrea penetratorului se face cu ajutorul manetei (3), care prin axa ei filetată şi o pîrghie de ridicare acţionează asupra tijei care se poate deplasa pe verticală în suportul (4). Măsuţa (9) cu posibilitate de reglare micrometrică rectangulară, se poate roti cu 180°, pentru a aduce proba sub piramida de diamant şi după încercare de a o readuce sub microscop în vederea măsurării amprentei.

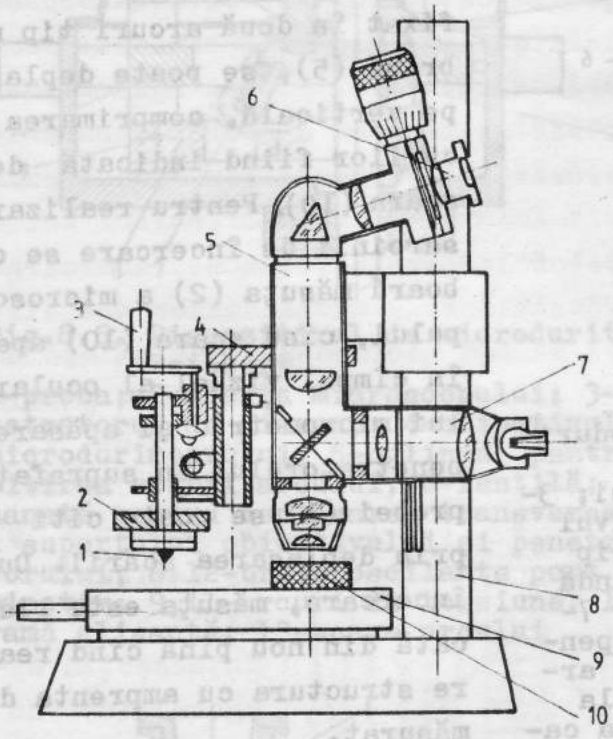


Fig.8.3. Schema microdurimetrului PMT-3
1-piramida de diamant; 2-greutatea pentru sarcina de încercare; 3-maneta de ridicare a tijei penetratorului; 4-consola penetratorului; 5-microscopul aparatului; 6-ocularul micrometric; 7-sistemul de iluminare al microscopului; 8-coloana stativului; 9-măsuţa rotativă; 10-proba de cercetat

8.2.2. Microdurimetrul Hanemann

Se montează în locaşul obiectivului microscopului metalografic Neophot produs de firma Zeiss-Jena (fig.8.4). La acest

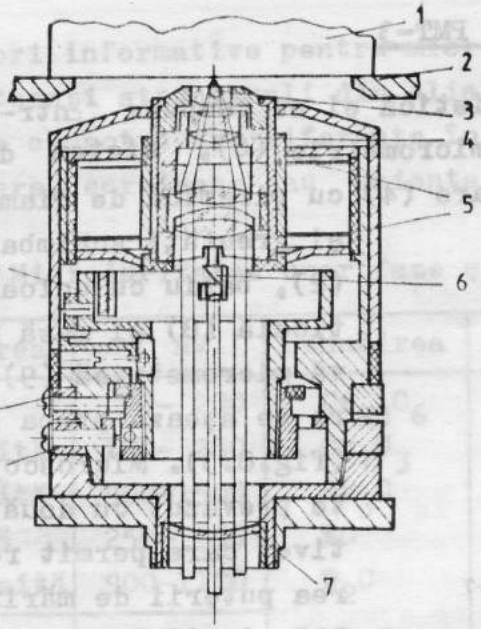


Fig.8.4. Dispozitivul de microduritate Hanemann
1-proba; 2-măsuţa microscopului; 3-piramida de diamant; 4-obiectivul microdurimetrului; 5-arcuri tip membrană port obiectiv; 6-oglindă pentru citirea scării arcului; 7-lentilă de închidere; 8-inel pentru reglarea clarităţii scării arcului; 9-inel pentru punerea la zero a scării arcului; 10-scara care arată comprimarea arcurilor port obiectiv

aparat piramida de diamant (3) este înglobată în mijlocul lentilei obiectivului (4) cu o putere de mărire de 60:1. Obiectivul fiind fixat în două arcuri tip membrană (5), se poate deplasa pe verticală, comprimarea arcurilor fiind indicată de scara (10). Pentru realizarea sarcinii de încercare se coboară măsuţa (2) a microscopului, cînd scara (10) apare în cîmpul vizual al ocularului micrometric şi apăsarea penetratorului în suprafaţa probei (1) se poate citi prin deplasarea scării. După încercare, măsuţa este ridicată din nou pînă cînd reapare structura cu amprenta de măsurat.

8.2.3. Microdurimetrul Reichert

Se află între accesoriile microscopului metalografic de cercetare Reichert MeF (fig.8.5). Penetratorul (3) este montat alături de obiectivul (4) într-o montură comună care se poate deplasa vertical prin intermediul unui mecanism patrulater cu braţele (8) şi (12) şi arcuri de torsiune (9) şi (11). Mecanismul cu obiectivul şi piramida de diamant este montat pe o ramă glisantă (10) care se poate deplasa transversal cu ajutorul braţului (7) cu valoarea distanţei între axa obiectivului şi axa penetratorului. Sarcina de încercare se obţine şi în cazul de faţă prin coborîrea măsuţei microscopului, după ce în prealabil s-a ales locul încercării şi maneta (7) a fost dată spre stînga. Prin apăsarea penetratorului în suprafaţa probei (1), arcurile de torsiune (9) şi (11) se deformează. Cursa obiectivului se citeşte pe scara (13) în ocularul micrometric,

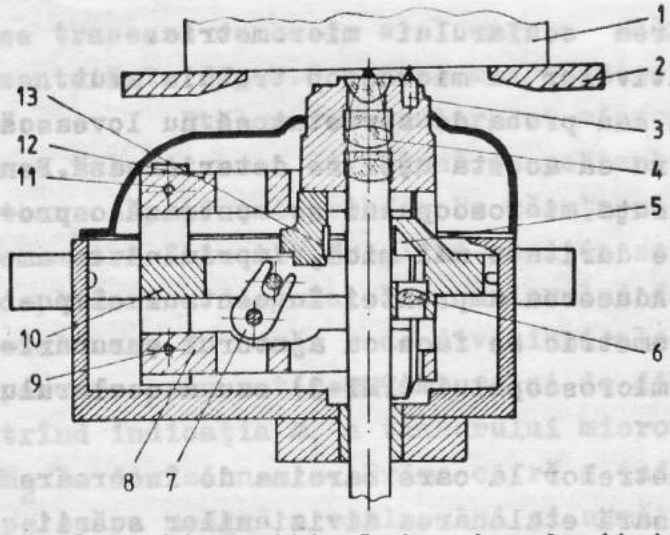


Fig.8.5. Dispozitivul de microduritate Reichert
1-proba; 2-măsuţa microscopului; 3-penetratorul de diamant; 4-obiectivul microdurimetrului; 5-oglindă pentru citirea scării arcului; 6-lentilă; 7-manetă pentru deplasarea transversală a suportului obiectivului şi penetratorului; 8.12-braţe oscilante port obiectiv; 9,11-arcuri de torsiune; 10-ramă glisantă; 13-scara arcului

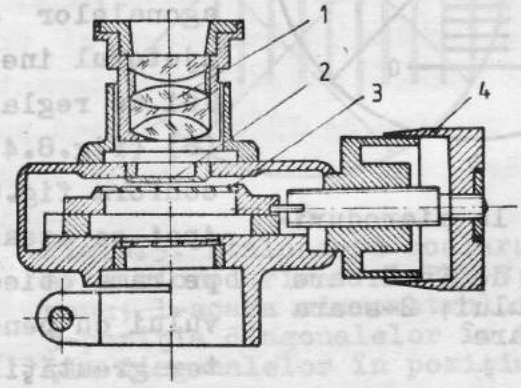


Fig.8.6. Ocularul micrometric
1-lentilă oculară; 2-plăcuţă de sticlă fixă; 3-plăcuţă de sticlă mobilă; 4-tambur micrometric

prin intermediul oglinzii (5) şi a lentilei (6). După ridicarea măsuţei şi trecerea manetei (7) spre dreapta, se poate măsura amprenta obţinută cu ajutorul ocularului micrometric.

8.2.4. Ocularul micrometric se montează în locul ocularului microscopului şi serveşte la măsurarea diagonalelor amprentei obţinute. Dispozitivul (fig. 8.6) are două plăcuţe de sticlă plasate în planul focar al ocularului (1), astfel încît diagonalele gravate pe sticle se suprapun peste imaginea dată de microscop. Plăcuţa de sus (2) este fixă şi are gravate o semidiagonală şi 9 diviziuni milimetrice. Plăcuţa de jos (3) se poate deplasa transversal prin rotirea tamburului micrometric (4) cu 100 de diviziuni. Plăcuţa de jos are de asemenea o semidiagonală pentru încadrarea amprentei şi o linie de reper în dreptul diviziunilor de pe plăcuţa fixă. Claritatea diagonalelor se reglează prin rotirea ocularului (1), iar două şuruburi permit centrarea dispozitivului.

8.3. DETERMINAREA MICRODURITATII

a. Pregătirea măsurătorii cuprinde următoarele faze: montarea dispozitivului obiectiv şi a ocularului micrometric, centrarea amprentei, determinarea curbei de încărcare a arcurilor

port penetrator şi etalonarea ocularului micrometric.

La montarea dispozitivelor la microscop trebuie avut grijă ca măsuţa microscopului sau proba de cercetat să nu lovească penetratorul de diamant, pentru că acesta uşor se deteriorează. Pentru centrarea amprentei pe măsuţa microscopului se montează o probă metalografică lustruită, de duritate mai mică, imprimînd o amprentă cu sarcină de 100 gf. Aducerea amprentei în centrul cîmpului vizual al ocularului micrometric se face cu ajutorul şuruburilor de centrare de pe corpul microscopului (PMT-3) sau a ocularului de măsurare.

In cazul microdurimetrelor la care sarcina de încercare se obţine cu arcuri este necesară etalonarea diviziunilor scării arcului. In acest scop se coboară măsuţa microscopului pînă apare imaginea scării în cîmpul vizual al ocularului micrometric şi se reglează poziţia nulă la intersecţia diagonalelor cu ajutorul inelului de reglare (8) (fig.8.4), conform fig.8.7,a. Apoi se aşează pe rama obiectivului cu penetrator greutăţile etalon din trusa aparatului, înregistrînd numărul de diviziuni la care se comprimă arcul (fig. 8.7,b). Avînd rezultatele obţinute cu greutăţile de 5,10, 20,50 şi 100 gf,

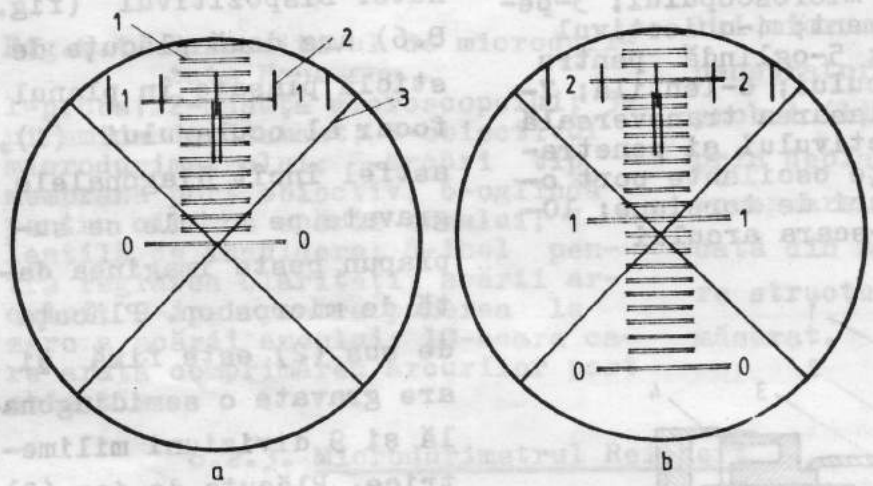


Fig.8.7. Etalonarea scării arcului la microdurimetrul Hanemann
a-poziţia zero a scării; b-poziţia de încărcare cu o sarcină de 20 gf; 1-scara arcului; 2-scara ocularului; 3-diagonalele de măsurare

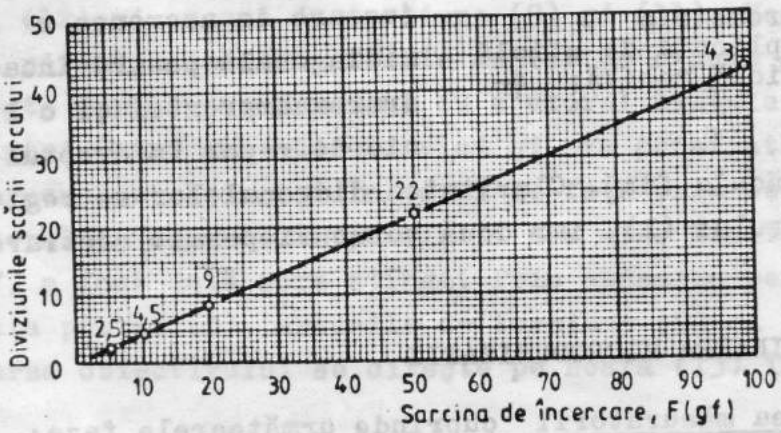


Fig.8.8. Diagrama de etalonare a scării arcului

se trasează curba de etalonare a scării arcului, aşa cum este prezentată în fig.8.8 pentru microdurimetrul Hanemann.

Etalonarea ocularului micrometric se referă la determinarea valorii unei diviziuni de pe tamburul micrometric, corespunzătoare suprafeţei probei. Pe măsuţa microscopului se aşează un micrometru obiectiv, reglînd poziţia scării acestuia în direcţia de deplasare a diagonalelor ocularului de măsurare (fig.8.9). Pentru etalonare un număr z de diviziuni ale micrometrului obiectiv este parcurs prin rotirea tamburului de diagonalele ocularului, înregistrînd indicaţia M_1 a tamburului micrometric la începutul scării şi M_2 la diviziunea z. Prima cifră a indicaţiei tamburului se citeşte pe scara neagră a ocularului şi următoarele două cifre pe tambur. Numărul m de diviziuni cu care a fost deplasată diagonala este $m = M_2 - M_1$.

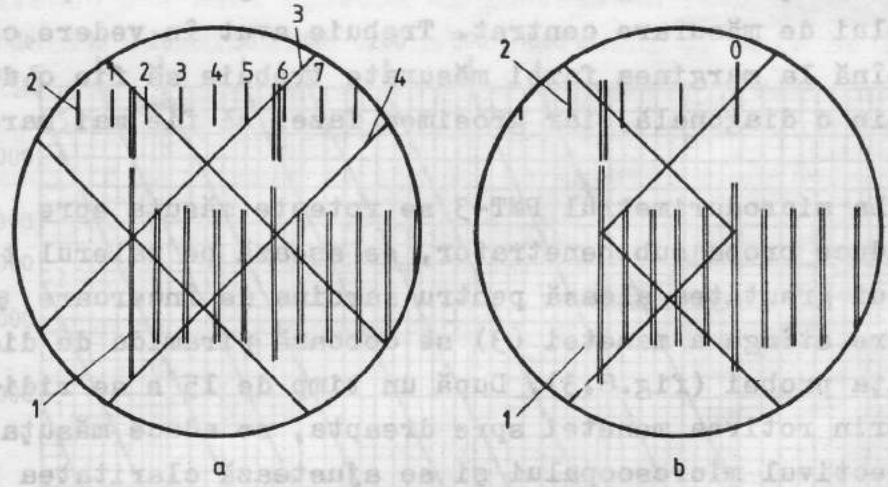


Fig.8.9. Etalonarea ocularului micrometric
a-la microdurimetrul PMT-3; b-la microdurimetrul Hanemann; 1-scara micrometrului obiectiv; 2-scara oculară; 3-poziţia diagonalelor în faza de măsurare M_1; 4-poziţia diagonalelor în poziţia de măsurare M_2

Valoarea unei diviziuni b a tamburului micrometric se calculează din d_{ob} (mm) - distanţa dintre două diviziuni ale micrometrului obiectiv, z- numărul de diviziuni parcurse pe scara micrometrului obiectiv şi m - numărul de diviziuni cu care a fost rotit tamburul micrometric:

$$b = 10^3 \cdot d_{ob} \cdot \frac{z}{m} \quad (\mu m)$$

Avînd în vedere că în majoritatea cazurilor d_{ob} = 0,01mm (sau 0,02 mm), în cazul exemplului din fig.8.9,a, z = 5; M_1 = 154; M_2 = 586, din calcule rezultă $b = 10^3 \cdot 0{,}01 \cdot \frac{5}{586-164} = 0{,}1158\ \mu m$.

In cazul microdurimetrelor Hanemann şi Reichert, cele două semidiagonale se îndepărtează peste z diviziuni ale micrometrului obiectiv, citind indicaţia M_1 cînd semidiagonalele se întîlnesc într-un punct (poziţia zero) şi M_2 în poziţia de măsurare a tamburului (fig.8.9,b). De exemplu la microdurimetrul Hanemann b=0,294μm.

b. Determinarea microduritătii cuprinde următoarele faze: montarea probei, alegerea locului de încercare, realizarea amprentei, măsurarea diagonalelor, calculul microduritătii şi determinarea valorilor standard.

Proba lustruită şi atacată se fixează în plastelină în cazul microdurimetrului PMT-3, sau se strînge cu cleme pe măsuţa superioară a microscopului în cazul celorlalte microdurimetre. Pentru alegerea locului de încercare proba se deplasează cu ajutorul şuruburilor micrometrice ale măsuţei, locul de referinţă fiind punctul de intersecţie a diagonalelor aduse la mijlocul cîmpului vizual al ocularului de măsurare centrat. Trebuie avut în vedere că de la amprentă pînă la marginea fazei măsurate trebuie să fie o distanţă de cel puţin o diagonală, iar grosimea fazei să fie mai mare de 1,5 diagonală.

La microdurimetrul PMT-3 se roteşte măsuţa spre stînga pentru a aduce proba sub penetrator, se aşează pe talerul tijei penetratorului greutatea aleasă pentru sarcina de încercare şi prin rotirea spre stînga a manetei (3) se coboară piramida de diamant pe suprafaţa probei (fig.8.3). După un timp de 15 s se ridică penetratorul prin rotirea manetei spre dreapta, se aduce măsuţa cu proba sub obiectivul microscopului şi se ajustează claritatea imaginii. Pentru măsurarea diagonalei se roteşte tamburul micrometric al ocularului în aşa fel ca intersecţia diagonalelor să se potrivească cu partea stîngă a amprentei (fig.8.10,a), notînd indicaţia M_1, apoi se potriveşte pe partea dreaptă (fig.8.10,b), obţinînd indicaţia M_2. Se calculează $m = M_2 - M_1$. Diagonala amprentei este:

$$d = m \cdot b \quad (\mu m)$$

La microdurimetrul Hanemann, după alegerea locului de încercare, măsuţa microscopului este deplasată în jos, cînd dispare imaginea probei, apare scara arcului şi începe comprimarea, care se continuă lin pînă la diviziunea corespunzătoare sarcinii de încercare aleasă cu ajutorul diagramei de etalonare din fig.8.8. După 15 s se ridică măsuţa, apare imaginea probei şi a amprentei şi se face măsurarea diagonalei prin încadrarea amprentei între cele două

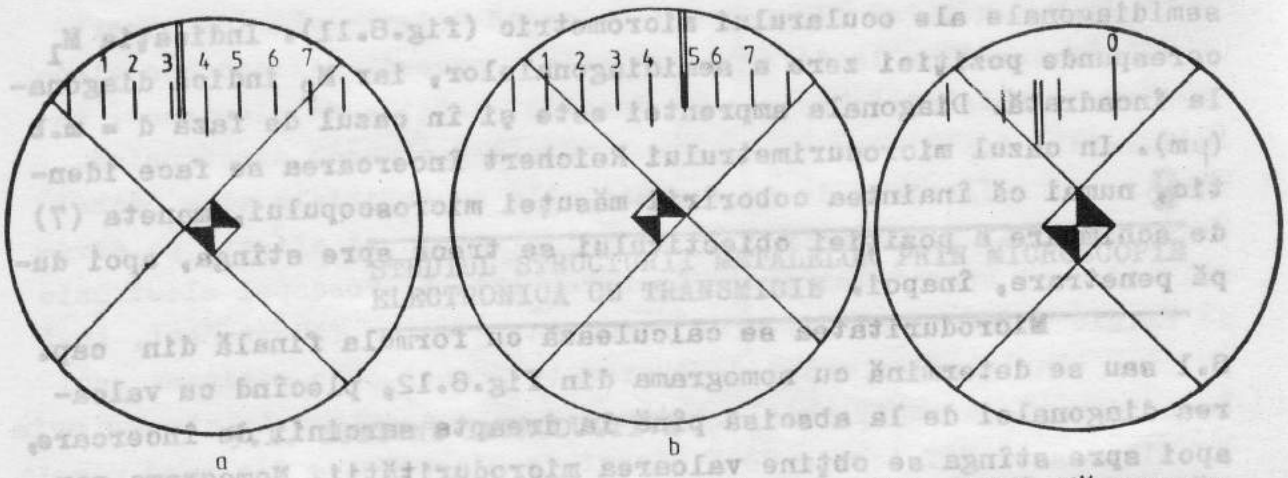


Fig.8.10. Măsurarea diagonalei amprentei cu microdurimetrul PMT-3 a-poziţia de măsurare M_1; b-poziţia de măsurare M_2

Fig.8.11. Măsurarea diagonalei cu dispozitivul Hanemann

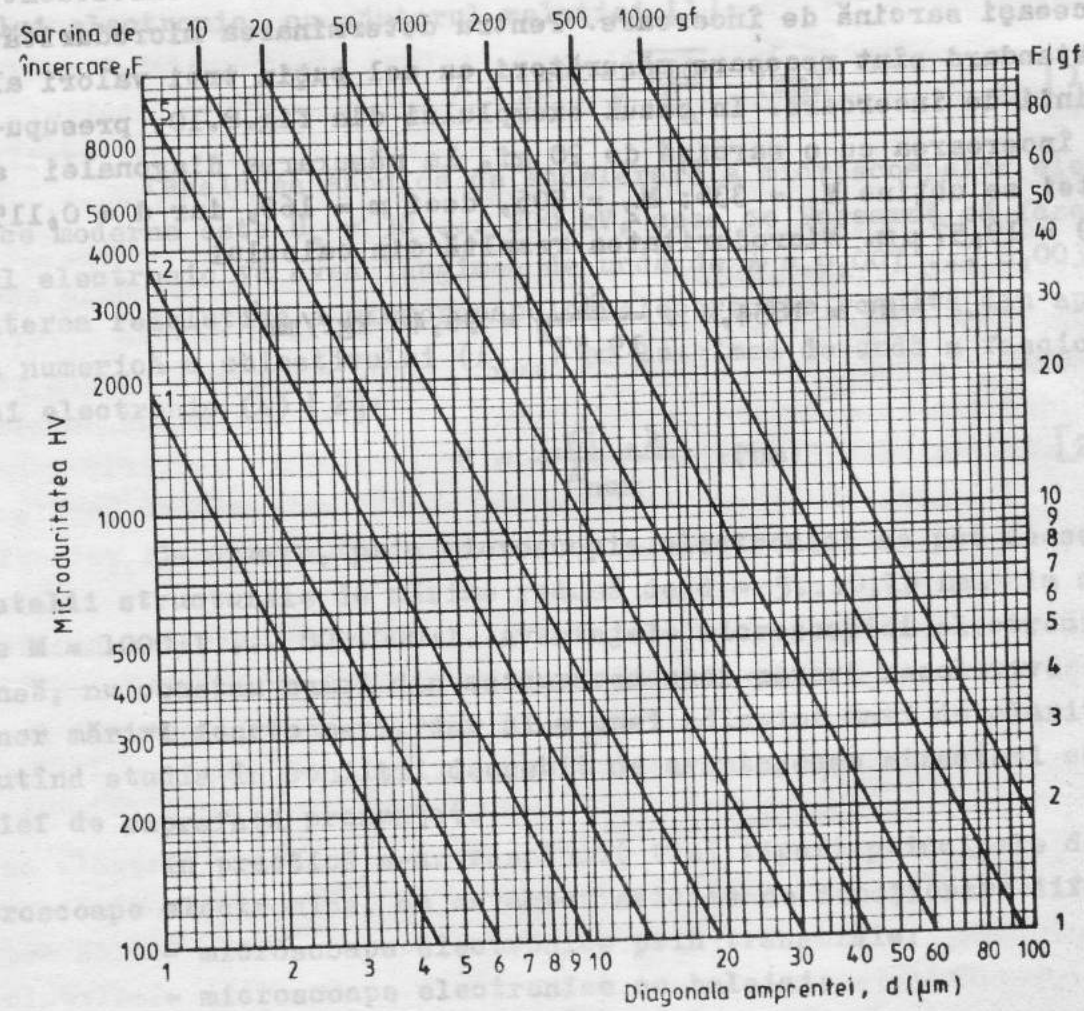


Fig.8.12. Nomogramă pentru determinarea microduritătii

semidiagonale ale ocularului micrometric (fig.8.11). Indicaţia M_1 corespunde poziţiei zero a semidiagonalelor, iar M_2 indică diagonala încadrată. Diagonala amprentei este şi în cazul de fază d = m.b (μm). In cazul microdurimetrului Reichert încercarea se face identic, numai că înaintea coborîrii măsuţei microscopului, maneta (7) de schimbare a poziţiei obiectivului se trece spre stînga, apoi după penetrare, înapoi.

Microduritatea se calculează cu formula finală din cap. 8.1 sau se determină cu nomograma din fig.8.12, plecînd cu valoarea diagonalei de la abscisă pînă la dreapta sarcinii de încercare, apoi spre stînga se obţine valoarea microduritătii. Nomograma permite determinarea microduritătilor standard după schema din fig.8.2. De regulă se măsoară cele două diagonale perpendiculare, calculul microduritătii realizîndu-se prin media aritmetică a acestora. Se fac cel puţin trei măsurători la aceeaşi fază sau constituent, cu aceeaşi sarcină de încercare. Pentru determinarea microduritătilor standard sînt necesare măsurători cu cel puţin trei valori ale sarcinii de încercare. In cazul exemplului din fig.8.10, presupunînd încercarea cu o sarcină de 20 gf, la măsurarea diagonalei amprentei se obţine M_1 = 336; M_2 = 505, deci m = 169, iar d = 0,1158 . 169 = 19,57 μm. Microduritatea rezultă din calculul

$$HV = 1854,4 \cdot \frac{20}{19,57^2} = 96,48 \text{ kgf/mm}^2$$

9

STUDIUL STRUCTURII METALELOR PRIN MICROSCOPIE ELECTRONICA CU TRANSMISIE

9.1. NOTIUNI INTRODUCTIVE

Imbunătăţirea substanţială a puterii rezolutive şi a măririi microscoapelor a fost posibilă prin înlocuirea razelor luminoase cu un fascicul electronic. Lungimea de undă a electronilor poate fi calculată din tensiunea anodică de accelerare (U_a) a tunului electronic, cu ajutorul relaţiei [1]:

$$\lambda = 10^{-1}\sqrt{\frac{150}{U_a}} \quad (nm) \qquad [1]$$

Tensiunea anodică de accelerare a microscoapelor electronice moderne este U_a = 30 ... 200 kV, ceea ce înseamnă că fasciculul electronic va avea lungimea de undă de λ = 0,007 ... 0,003 nm. Puterea rezolutivă a microscoapelor electronice rezultă din apertura numerică a obiectivului (A_{num}) şi lungimea de undă a fascicolului electronic (λ) [2]:

$$d = \frac{0,61 \cdot \lambda}{A_{num}} \quad (nm) \qquad [2]$$

Ca urmare, prin microscopie electronică se pot deosebi detalii structurale de mărime redusă de d = 5...0,15 nm, la măriri de M = 1000:1 ... 800.000:1. Avantajele microscopiei electronice însă, nu constau numai din asigurarea unor puteri rezolutive şi a unor măriri foarte mari, dar şi a unei adîncimi mari de claritate, putînd studia în condiţii deosebit de avantajoase structuri cu relief de suprafaţă pronunţat.

In practică s-au răspîndit trei tipuri principale de microscoape electronice, cu caracteristicile de funcţionare diferite:

- microscoape electronice prin transmisie;
- microscoape electronice cu baleiaj;
- microscoape electronice de emisie.

Microscopia electronică prin transmisie se bazează pe trecerea fascicolului electronic prin eşantioane subţiri şi formarea

imaginii pe un ecran fluorescent datorită diferenţelor de absorbţie a electronilor la diferite părţi ale probei. Microscopia electronică cu baleiaj foloseşte un fascicol subţire de electroni, care baleiază toată suprafaţa probei printr-o comandă electronică, electronii reflectaţi de pe formaţiunile superficiale ale probei fiind captaţi, transformaţi în semnal electric şi afişaţi pe ecranul video al aparatului (vezi lucrarea 10). Microscopul electronic de emisie formează imaginea de asemenea pe ecran fluorescent, însă pe baza electronilor emişi de suprafaţa probei, sub acţiunea unui bombardament cu ioni, cu electroni sau cu raze ultraviolete sau prin încălzirea probei. Aceste două tipuri de microscoape din urmă permit obţinerea de imagini cu o putere rezolutivă de 15 nm, la măriri de 50:1 ... 50.000:1.

Cea mai răspîndită este microscopia electronică prin transmisie, care permite studiul structurii metalelor şi aliajelor, identificarea fazelor şi a constituenţilor structurali, caracterizarea fenomenelor de la limitele grăunţilor, studiul dislocaţiilor, a vacanţelor, a planurilor de alunecare din grăunţii cristalini, identificarea naturii incluziunilor nemetalice, a caracteristicilor precipitărilor, a caracterului fazelor fine (carburi, nitruri, boruri) etc.

Studiul structurii probelor metalice cu microscopie electronică prin transmisie poate fi realizat prin trei metode diferite:

- studiul replicilor (a mulajelor) realizate asupra reliefelor structurale puse în evidenţă prin diferite metode de atac;
- studiul foliilor (membranelor) metalice subţiri;
- studiul difracţiei fascicolului electronic pe fazele din structură extrase, în vederea determinării structurii reticulare şi a orientării cristalografice.

Microscopul electronic se compune în general din următoarele părţi: coloana microscopului, instalaţia de vidare, sursa de curent de înaltă tensiune; sursa de curent pentru alimentarea lentilelor magnetice, sistemul electronic de comandă, reglare şi control.

Partea cea mai importantă a microscopului electronic este coloana microscopului, care funcţionează pe principii asemănătoare cu microscoapele optice (fig.9.1). In loc de sursă de lumină se foloseşte un tun electronic, care livrează un fascicol electronic de mare viteză, accelerat sub o tensiune ridicată de 30-200 kV.

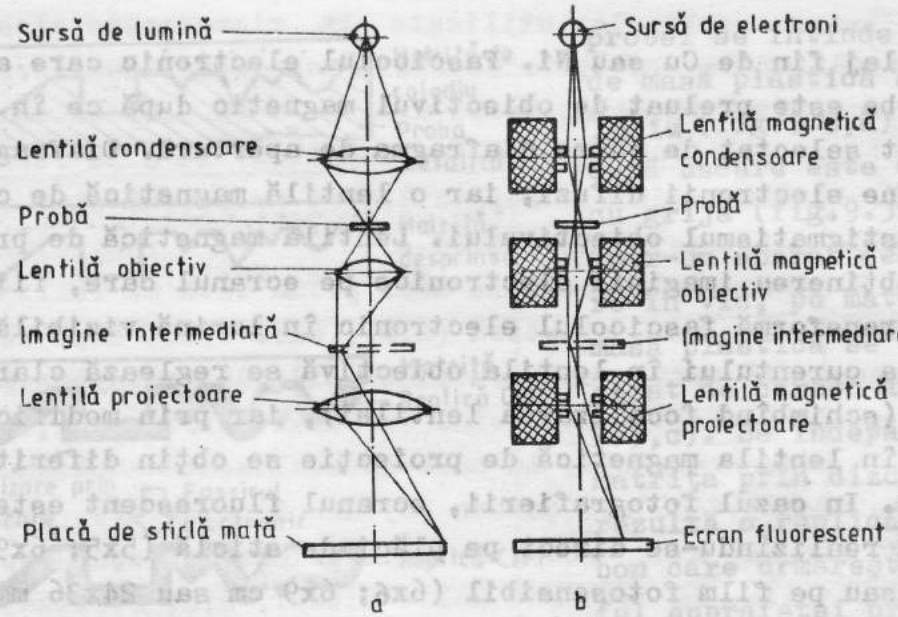


Fig.9.1. Schema de principiu a microscopului optic (a) şi a microscopului electronic (b)

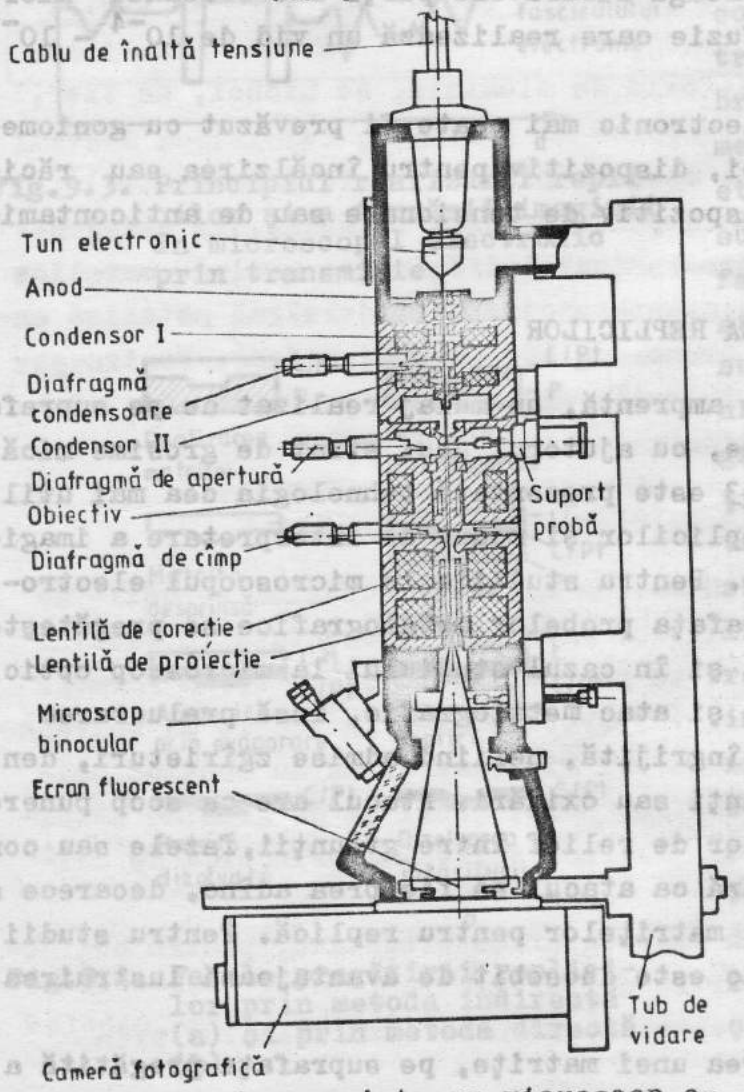


Fig.9.2. Secţiune printr-un microscop e-electronic modern prin transmisie

In loc de lentile optice apar lentile obiectiv şi proiectoare magnetice sau electrostatice de formă inelară. Imaginea se formează pe un ecran fluorescent acoperit cu sulfură de zinc sau este proiectată direct pe materialul fotosensibil.

O secţiune prin coloana unui microscop electronic modern de 150 kV este prezentată în fig. 9.2. Două lentile magnetice condensoare şi o diafragmă condensoare permite obţinerea unui fascicol de electroni îngust şi paralel, care atacă eşantionul sub formă de peliculă sau folie subţire aşezată

pe un grilaj fin de Cu sau Ni. Fascicolul electronic care a străbătut proba este preluat de obiectivul magnetic după ce în prealabil a fost selectat de către diafragma de apertură. Diafragma de cîmp reţine electronii difuzi, iar o lentilă magnetică de corecţie elimină astigmatismul obiectivului. Lentila magnetică de proiecţie permite obţinerea imaginii electronice pe ecranul care, fiind fluorescent transformă fascicolul electronic în lumină vizibilă. Prin schimbarea curentului în lentila obiectivă se reglează claritatea imaginii (schimbînd focalizarea lentilei), iar prin modificarea curentului în lentila magnetică de proiecţie se obţin diferite puteri de mărire. In cazul fotografierii, ecranul fluorescent este ridicat, expunerea realizîndu-se direct pe plăci de sticlă (5x5; 6x9 sau 9x12 cm) sau pe film fotosensibil (6x6; 6x9 cm sau 24x36 mm) cu ajutorul unei camere speciale foto înglobată în corpul microscopului. Un tub metalic flexibil leagă diferitele părţi ale coloanei microscopului cu pompa de difuzie care realizează un vid de 10^{-4} - 10^{-5} mm Hg.

Microscopul electronic mai poate fi prevăzut cu goniometru pentru rotirea probei, dispozitiv pentru încălzirea sau răcirea sub $0^{o}C$ a probei, dispozitiv de tensionare sau de anticontaminare a probei.

9.2. PREGATIREA REPLICILOR

Replica este o amprentă, un mulaj realizat de pe suprafaţa probelor metalografice, cu ajutorul unui strat de grosime mică, de 5 - 30 nm. In fig.9.3 este prezentată tehnologia cea mai utilizată pentru obţinerea replicilor şi modul de interpretare a imaginii electronice obţinute. Pentru studiile la microscopul electronic prin transmisie suprafaţa probelor metalografice se pregăteşte prin acelaşi procedeu ca şi în cazul studiului la microscop optic, prin şlefuire, lustruire şi atac metalografic, însă prelucrarea trebuie să fie mult mai îngrijită, nefiind admise zgîrieturi, denivelări, smulgeri de grăunţi sau oxidări. Atacul are ca scop punerea în evidenţă a diferenţelor de relief între grăunţii, fazele sau constituenţii aliajului, fără ca atacul să fie prea adînc, deoarece se îngreunează desprinderea matriţelor pentru replică. Pentru studii la microscopul electronic este deosebit de avantajoasă lustruirea electrolitică a probei.

Pentru obţinerea unei matriţe, pe suprafaţa pregătită a

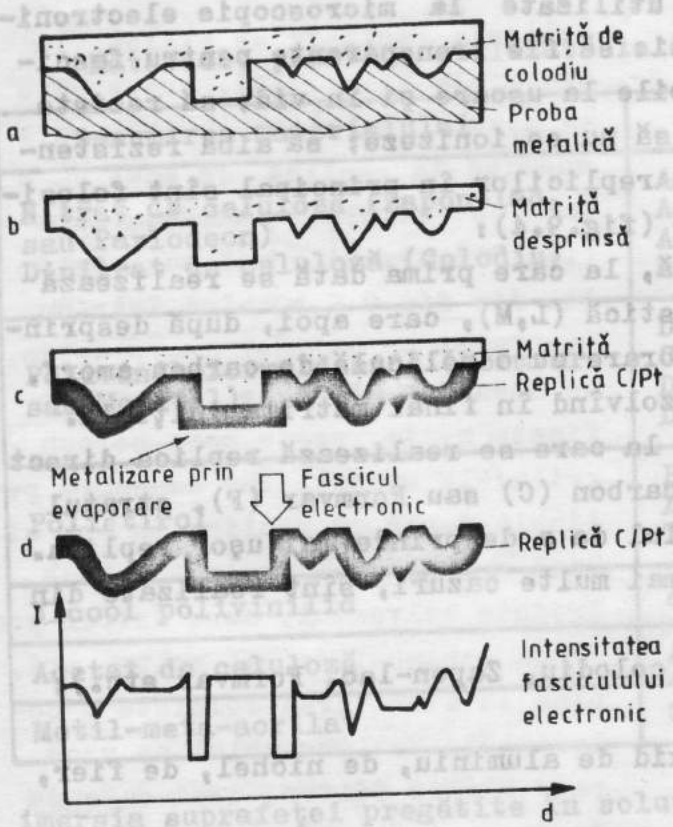


Fig.9.3. Principiul realizării replicilor şi a formării imaginii în microscopul electronic prin transmisie

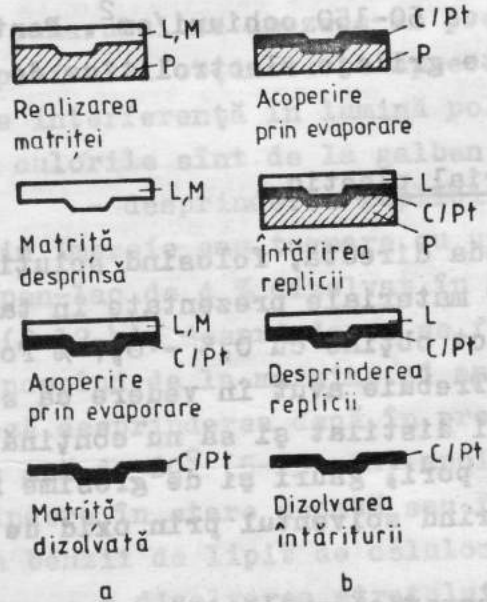


Fig.9.4. Fazele pregătirii replicilor prin metoda indirectă (a) şi prin metoda directă (b)

probei se întinde un strat de masă plastică sau de colodiu (fig.9.3,a), care după uscare este desprins cu grijă (fig.9.3,b). Apoi, într-un aparat de metalizare în vid, pe matriţa de masă plastică se depune un strat de carbon amorf (fig. 9.3,c). Se îndepărtează matriţa prin dizolvare şi rezultă o replică de carbon care urmăreşte relieful suprafeţei probei metalografice. Pentru a mări contrastul imaginii electronice se poate face o umbrire prin metalizare cu metale grele (Cr, Pt, Au, etc.) sub un unghi mic al suprafeţei replicii. Astfel fascicolul electronic care străbate replica (fig.9.3,d) suferă un grad diferit de absorbţie în funcţie de grosimea replicii în direcţia fascicolului, dînd naştere la o variaţie a intensităţii care reflectă relieful probei. Acolo unde replica este mai groasă, imaginea va fi întunecată, iar la suprafeţe plane, mai luminoasă. Prin umbrire cu metal, suprafeţele înclinate vor fi mai acoperite dintr-o parte, dînd naştere la o imagine cu relief şi mai pronunţat.

Pentru replicile utilizate la microscopie electronică se pun următoarele condiţii: să fie transparente pentru fascicolul electronic; să fie stabile la uscare şi în vid; să reziste bombardamentului electronic; să nu se ionizeze; să aibă rezistenţă mecanică. Pentru obţinerea replicilor în principal sînt folosite două metode mai importante (fig.9.4):

a - metoda indirectă, la care prima dată se realizează o matriţă de lac sau masă plastică (L,M), care apoi, după desprindere este acoperită prin evaporare cu o peliculă de carbon amorf, umbrită cu platină (C/Pt), dizolvînd în final matriţa iniţială.

b - metoda directă, la care se realizează replica direct pe suprafaţa probei (P), din carbon (C) sau Formvar (F), stratul întăritor de lac (L) avînd rolul de a desprinde mai uşor replica.

Replicile, în cele mai multe cazuri, sînt realizate din următoarele materiale:

- material plastic (colodiu, Zapon-lac, Formvar etc.);
- carbon amorf;
- oxizi metalici (oxid de aluminiu, de nichel, de fier, de siliciu etc.);
- metale (argint, mangan, platină, aur, uraniu etc.).

Pentru susţinerea replicilor uşor friabile, în vederea montării în microscopul electronic, sînt folosite grilaje metalice avînd diametrul de 3-5 mm, ştanţate din plase de sîrmă metalică antimagnetică de Cu, Ni sau bronz, cu 50-150 ochiuri/cm^2. Pentru puteri rezolutive mari sînt folosite grilaje electrolitice de 200 - 400 mesh.

9.2.1. Replica de material plastic

Se realizează prin metoda directă, folosind soluţii de concentraţie redusă a diferitelor materiale prezentate în tabelul 9.1. Cele mai bune rezultate se pot obţine cu 0,5 - 0,7 % Formvar dizolvat în dioxan sau cloroform. Trebuie avut în vedere ca solventul să fie curat, de mai multe ori distilat şi să nu conţină umiditate, deoarece replica va fi cu pori, găuri şi de grosime neuniformă. Uscarea se poate face filtrînd solventul prin oxid de calciu sau pentoxid de fosfor.

Considerînd proba metalografică pregătită, pentru obţinerea replicii se fac următoarele operaţii:

- realizarea amprentei de Formvar (sau colodiu) prin

Tabelul 9.1

Materiale plastice utilizate la confecţionarea replicilor

Denumirea materialului	Solventul	Concentraţia
Nitrat de celuloză (Zapon-lac, sau Parlodeon) Dinitrat de celuloză (Colodiu)	Acetat de amil Acetonă Acetat de etil Acetat de metil	0,5-1 %
Polivinil-formaldehidă (Formvar sau Mowital)	Dioxan Cloroform Diclor-etan Diclor-etilen	0,1-1 %
Polistirol	Benzol Xilol Toluol	0,5-1 %
Alcool polivinilic	Apă	0,5-1 %
Acetat de celuloză	Acetonă	0,2-0,5 %
Metil-meta-acrilat	Cloroform	0,5-1 %

imersia suprafeţei pregătite în soluţie, turnarea soluţiei pe suprafaţa probei sau folosind un dispozitiv de picurare compus dintr-un vas şi un tub capilar. Pentru uscare proba se aşează pe o hîrtie de filtru cu suprafaţa pregătită în poziţie verticală şi se acoperă cu un pahar de sticlă pentru a reduce viteza de uscare. Hîrtia şi interiorul paharului se umezesc în prealabil cu solventul folosit. Grosimea peliculei obţinute se apreciază pe suprafaţa probei prin culorile de interferenţă în lumină polarizată (pentru o grosime de 60 - 100 nm culorile sînt de la galben deschis la roşu purpuriu).

- desprinderea replicii se face după ce a fost întărită, tot prin imersie sau turnare cu un strat de 0,2 - 0,5 mm de colodiu sau zapon-lac de 4 % dizolvat în acetat de amil. După uscarea stratului (8-12 h), desprinderea se face sub apă distilată cu o lamă de ras, începînd de la margine şi apoi prin tragere cu o pensetă. Se uşurează desprinderea dacă în prealabil se face un tratament al probei în apă de 60° (5-15 min) apoi în apă rece. Se poate încerca o desprindere în stare uscată sau folosirea în loc de stratul de întărire a benzii de lipit de celuloză (TEXO).

- dizolvarea stratului de întărire şi aplicarea replicii pe grilaje suport se face conform fig.9.5. Replica cu întăritură de colodiu se introduce în acetat de amil, care nu dizolvă Formvarul.

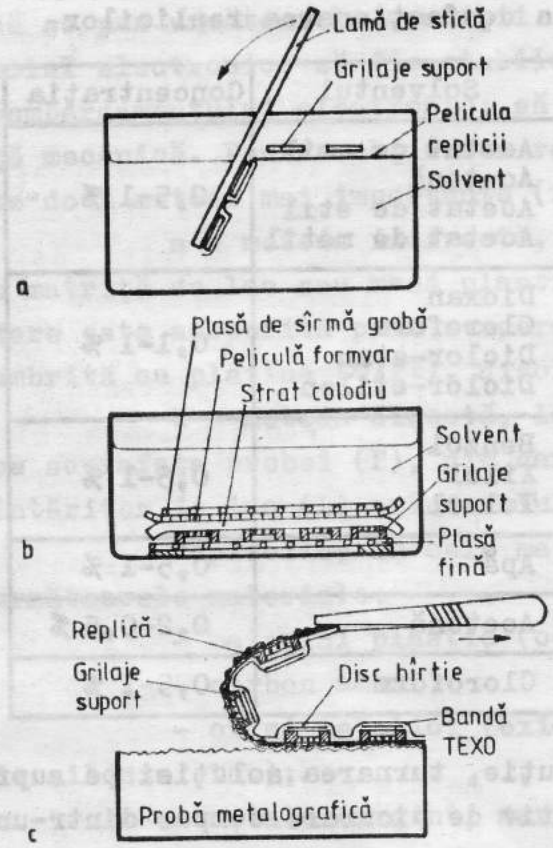


Fig.9.5. Dizolvarea stratului de întărire şi aplicarea replicii pe grilaje suport

Pelicula replicii se ridică la suprafaţa lichidului, peste care se aşează grilajele suport, care aderînd la replică se scot cu o lamă de sticlă prin răsturnare (fig.9.5,a). Este mai bună soluţia din fig.9.5,b, cînd într-un vas Petri pe un inel de plastic, se aşează o plasă de bronz de fineţe medie, peste care se pun grilajele suport, iar deasupra pelicula dublă cu replica în sus şi încă o plasă mai groasă. Se introduce solventul, care astfel poate fi schimbat de mai multe ori, pînă la dizolvarea completă a colodiului. Tot ansamblul se usucă pe o hîrtie filtru, după care se desface, manipulînd cu grijă grilajele cu replică cu ajutorul unor pensete speciale. Mai este posibilă şi varianta din fig.9.5,c, cînd peste replica simplă se aşează grilajele suport cu cîte un disc de hîrtie deasupra şi se întinde o bandă de celuloză de lipit TEXO, cu care se trage sus tot ansamblul.

Deoarece replicile de material plastic se ionizează uşor, ceea ce reduce calitatea imaginii, se recomandă acoperirea lor cu un strat subţire de carbon amorf (cca 3 nm). In toate cazurile trebuie avut în vedere ca partea activă, reliefată a replicii să fie deasupra, în aşa fel încît aşezînd-o în microscop, fasciculul electronic să atace această parte.

9.2.2. Replica de carbon

Se execută după metoda directă sau indirectă prin depunere în vid, cu ajutorul unui aparat de metalizare. Ea prezintă avantajul că permite obţinerea de putere rezolutivă de 1 nm şi nu se modifică în bombardamentul electronic, însă se desprinde mai greu de pe suprafaţa probei în cazul folosirii metodei de depunere directă. Evaporarea carbonului se obţine în vid înaintat de

de 10^{-4} - 10^{-5} mm Hg, prin trecerea curentului electric între doi electrozi de carbon sau grafit de înaltă puritate, avînd un contact punctiform între ele (fig.9.6). Cea mai folosită este varianta a, adoptînd următorii parametri:

- tensiunea curentului: 10-30V;
- intensitatea curentului: 30A;
- distanţa electrozi-probă: 8-11 cm;
- timpul de depunere: 2-3 sec.

Grosimea peliculei se apreciază vizual pe o plăcuţă de sticlă sau pe o suprafaţă lustruită de metal (foiţă de aluminiu), în lumină polarizată, după culorile de reflexie (10 nm - galbenă, 15 nm - orange, 20 nm - roşu-violet, 24 nm - albastru). Grosimea optimă este 10 nm.

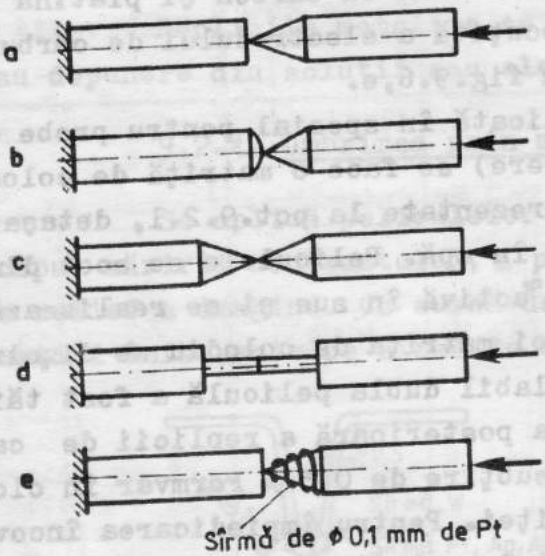


Fig.9.6. Variante de electrozi cu contact punctiform pentru realizarea replicilor de carbon prin evaporare şi depunere (a,b,c,d) precum şi a replicilor combinate de carbon-platină (e)

In cazul realizării replicilor prin metoda directă se execută următoarele operaţii:

- pregătirea probei conform metodicii pentru microscopie optică, lustruirea efectuîndu-se electrolitic. Pentru atacul suprafeţei la oţeluri şi fonte se recomandă utilizarea unei soluţii de 10 % acid cromic în apă;
- acoperirea cu un strat subţire de carbon prin evaporare în vid, cu parametri mai sus prezentaţi. In cazul unui relief pronunţat suprafaţa probei poate fi aşezată oblic faţă de sursa de evaporare şi proba se roteşte în timpul depunerii;
- desprinderea peliculei de carbon pe cale electrolitică cu 10 % acid azotic în alcool de 96 %, dar se pot folosi şi soluţii de acid percloric sau acid acetic. Tensiunea se alege în aşa fel, ca prin formarea de gaze să se favorizeze desprinderea. Pelicula de pe suprafaţa probei, în prealabil, se taie în fîşii de 4 mm lăţime.
- spălarea replicii în alcool, sau în amestec de apă-alcool prin care se reduce tendinţa de încovoiere a peliculelor. In apă pelicula de carbon devine sfărîmiciasă. Transferul peliculelor

se face cu plasă de sîrmă montată pe suport inelar cu mîner. După 3-5 spălări replicile se transferă în apă, de pe suprafaţa ei fiind ridicate cu grilajele suport, pe care apoi se usucă în aer.

Pentru obţinerea unui contrast mai bun al imaginii electronice se recomandă o acoperire simultană cu carbon şi platină (C/Pt). In acest scop pe partea ascuţită a electrodului de cărbune se înfăşoară un fir de Pt, conform fig.9.6,e.

La metoda indirectă, aplicată în special pentru probe cu relief pronunţat (secţiuni de rupere) se face o matriţă de colodiu (sau Formvar), conform metodicii prezentate la pct.9.2.1, detaşarea peliculei de plastic realizîndu-se în apă. Peliculele se scot din apă cu o lamă de sticlă, cu partea activă în sus şi se realizează depunerea de replică de carbon. Apoi matriţa de colodiu se dizolvă în acetat de amil, după ce în prealabil dubla peliculă a fost tăiată în pătrăţele de 4 x 4 mm. Partea posterioară a replicii de carbon poate fi întărită cu un strat subţire de 0,5 % Formvar în cloroform, înainte de dizolvarea matriţei. Pentru împiedicarea încovoierii replici, dizolvarea peliculei de colodiu poate fi făcută conform schemei din fig.9.5,b, aşezînd ansamblul de pelicule peste grilajele suport cu matriţa de colodiu în sus.

9.2.3. Replici speciale

Sînt utilizate în cazul studiului unor metale şi aliaje cu proprietăţi speciale. Sînt folosite replici de $SiO-SiO_2$, Al_2O_3, NiO, FeO, Ag, Cr, Mn, Pt, Au, U, precum şi replici combinate de plastic-SiO_2, polistirol-SiO, Mowital, Zapon-lac, carbon metil-metacrilat-SiO etc.

Replica de oxid de aluminiu se utilizează în cazul studiului aluminiului şi a aliajelor de aluminiu, obţinînd filmul de oxid prin oxidare anodică în 2,5 % soluţie de borat de amoniu, la 20 V tensiune. Desprinderea replicii se face în soluţie de clorură de mercur, urmată de o spălare cu HCl-apă (1:1), spălare în apă şi montare pe grilaje suport. Grosimea replicii de Al_2O_3 va fi de 10 - 50 nm.

Replica de oxid de siliciu se aplică pe suprafeţe metalice lustruite electrolitic, avînd o foarte bună rezoluţie. Depunerea se face prin evaporarea amestecului de SiO_2 + Si, la temperatura de 1200° în vid de 10^{-5} mm Hg, folosind creuzet de tantal sau spirală conică de wolfram (Ø 0,5 mm), la o distanţă de 100 mm de probă.

Replica se întăreşte înainte de desprindere cu Zapon-lac. Apoi după desprindere se acoperă cu ceară sau gelatină. Urmează dizolvarea stratului de lac, tăierea în pătrate de 3 x 3 mm , aşezarea pe grilaje suport de nichel, cu ceara în sus. In final se dizolvă ceara cu toluol sau cloroform.

Replicile metalice se realizează prin metalizare în vid, sau depunere din soluţii sau electroliţi.

9.2.4. Umbrirea prin metalizare oblică a replicilor

Se aplică peliculelor de plastic, carbon sau oxid, cu scopul măririi contrastului, a puterii rezolutive şi a efectului de relief a imagini. Ca sursă de vapori metalici se folosesc fire subţiri înfăşurate pe sîrmă de wolfram îndoită în V (fig.9.7,a), spirale conice de wolfram, în care se aşează metalul de evaporat (fig.9.7,b), sau mici creuzete presate din platbenzi de tantal (fig.9.7,c). Elementele cele mai folosite şi condiţiile de evaporare sînt date în tabelul 9.2.

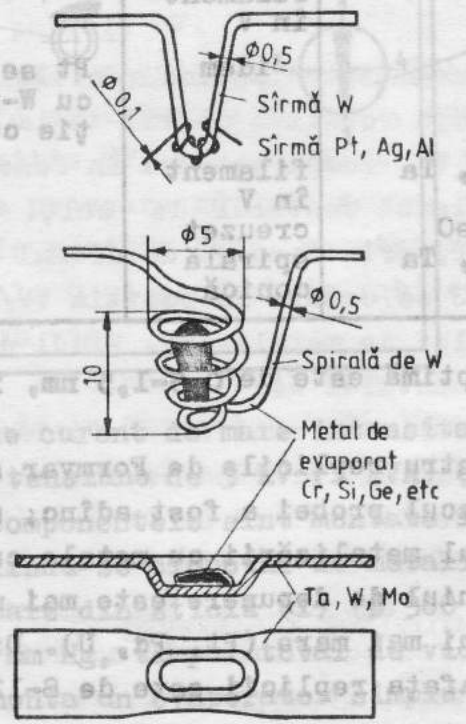


Fig.9.7. Surse de vapori metalici pentru umbrirea replicilor

Grosimea peliculei de metal depus prin vaporizare rezultă din distanţa dintre probă şi evaporator (R) în cm, masa metalului de evaporat (M) în g, densitatea metalului evaporat (d) în g/ cm^3 şi unghiul de depunere (θ):

$$D_s = \frac{M \cdot \sin\theta}{4\pi \cdot R^2 \cdot d} \cdot 10^7 \text{ (nm)} \quad [3]$$

Schema procesului de umbrire este prezentată în fig.9.8. Unghiul de depunere (θ) rezultă între direcţia sursei de vapori şi planul replicii. Grosimea stratului depus este în general între 1-10 nm, dar în cazul

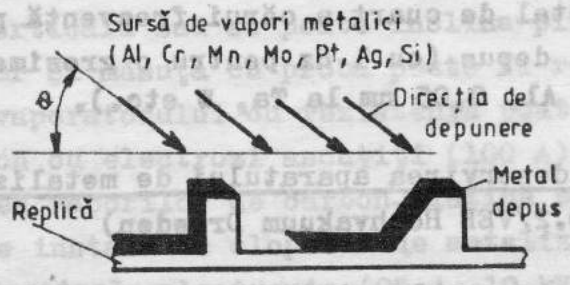


Fig.9.8. Principiul umbririi replicilor

Tabelul 9.2

Metalele utilizate pentru umbrirea şi realizarea replicilor prin evaporare în vid

Metalul de evaporat	Temperatura de evaporare la vidul de 10^{-4} mm Hg, în ^{o}C	Suportul	Forma suportului	Observaţii
Al	724	W, Ta, Mo	filament în V	Al se aliază cu W
Be	942	W, Ta, Mo	spirală conică	
Cr	907	W	idem	
Ge	897	W, Ta	idem	
Mn	719	W, Ta, Mo	idem	
Mo	1923	Mo-topit	-	
Pd	1156	W	filament în V	
Pt	1606	W	idem	Pt se aliază cu W-protecţie cu Al_2O_3
Ag	767	W, Ta	filament în V	
Si	1024	BeO	creuzet	
V	1465	W, Ta	spirală conică	

umbririi cu Pt, Pd, V grosimea optimă este de 0,5-1,5 nm, iar la Cr de 1-5 nm.

Unghiul de depunere pentru replicile de Formvar sau Mowital este de 10-25°, însă dacă atacul probei a fost adînc, unghiul poate fi mărit la 25-45°. In cazul metalizării cu metale cu densitate mai mică (Cr, Mn etc.), unghiul de depunere este mai mic, iar la metale grele se adoptă un unghi mai mare (Pt, Pd, U). Distanţa între sursa de evaporare şi suprafaţa replicii este de 8-12 cm. Timpul de metalizare 3-20 s.

Determinarea prosimii stratului depus se poate face vizual, după culorile de reflexie a luminii polarizate, dar mai precis cu ajutorul unui monitor cu cristal de cuarţ a cărui frecvenţă proprie scade cu grosimea stratului depus (cu 1 Hz pentru o grosime de 0,1 nm la carbon, 0,13 nm la Al, 0,05 nm la Ta, W etc.).

9.2.5. Construcţia şi deservirea aparatului de metalizare în vid (tip B30.2/VEB Hochvakuum Dresden)

Aparatul se compune dintr-un clopot de metalizare, un agregat de vidare format dintr-o pompă rotativă şi o pompă de difuzie,

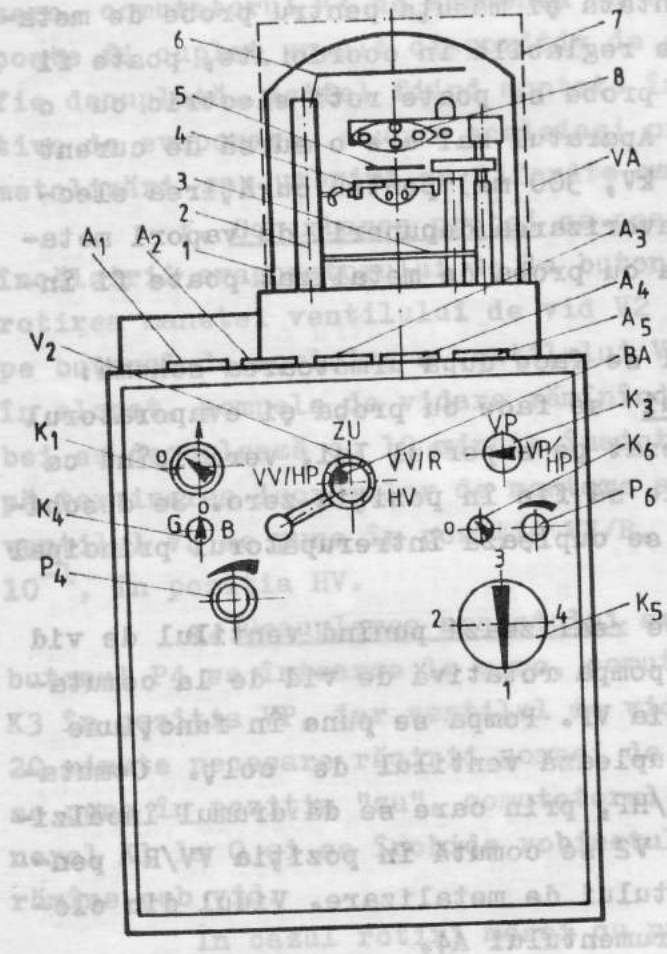


Fig.9.9. Aparatul de metalizare în vid pentru realizarea şi umbrirea replicilor

1-clopot de metalizare din sticlă; 2-coloană electrod de masă; 3-placa de fund; 4-evaporator; 5-diafragmă rabatabilă; 6-paletă; 7-apărătorul clopotului; 8-măsuţă rotativă port probă; VA-ventil cu ac; K1-întrerupător general; V2-ventil de vid; K3-comutatorul pompelor de vid; K4-comutatorul sursei de curent; P4-rozetă pentru reglarea curentului de evaporare; K5-comutatorul de selecţie a dispozitivelor de evaporare; K6-întrerupătorul rotirii măsuţei; P6-potenţiometrul de modificare a turaţiei măsuţei; BA-buton de aerisire a clopotului; A1-ampermetrul curentului de evaporare; A2-voltmetrul curentului de evaporare; A3-ampermetrul curentului de curăţire; A4-indicatorul vidului preliminar; A5-indicatorul vidului înalt

sursă de curent de mare intensitate (2,5 kVA), sursă de curent de înaltă tensiune de 3 kV (1 kVA) şi aparatura de măsurare a vidului. Toate componentele sînt montate într-un pupitru de comandă, deasupra aflîndu-se clopotul de metalizare (fig.9.9). Sub clopotul de metalizare din sticlă (1) (Ø 300 x 500) se poate realiza un vid de 2.10^{-6} mm Hg, timpul total de vidare fiind de 4 min. In clopot se poate monta un evaporator simplu (4), cu încălzire prin rezistenţă la 12 V sau 24 V, cu un curent maxim de 100 A. Elementul de încălzire poate fi sîrmă de wolfram îndoită în V, sub formă de spirală sau bandă de W, Mo sau Ta. Evaporatorul poate fi reglat radial, pe verticală sau se poate înclina pînă la 90°. Distanţa dintre evaporator şi măsuţa cu proba poate fi reglată pînă la 310 mm. In locul evaporatorului cu rezistenţă poate fi montat un evaporator de carbon cu electrozi ascuţiţi (100 A), care mai permite în plus obţinerea vaporilor de carbon-platină pentru replici. De asemenea se poate instala în clopotul de metalizare un dispozitiv de evaporare cu fascicol electronic (25 A, 10 kV). Sub clopot se mai află o

diafragmă rabatabilă comandată din afară (5) pentru metalizări indirecte. Sub clopot se află montată şi măsuţa pentru probe de metalizat (8). Poziţia măsuţei este reglabilă în coordonate, poate fi înclinată la 45° şi placa port probe se poate roti electric cu o turaţie între 15 şi 200 t/min. Aparatul mai are o sursă de curent continuu de înaltă tensiune (3 kV, 300 mA) pentru curăţirea electrică a suprafeţei probei şi favorizarea depunerii de vapori metalici. Tot pentru curăţire, masa cu proba de metalizat poate fi încălzită pînă la 400°C.

Deservirea aparatului se face după următoarea schemă:

a. Cuplarea aparatului se face cu proba şi evaporatorul montate, clopotul de sticlă aşezat pe suportul lui, verificînd ca toate butoanele şi comutatoarele să fie în poziţia zero. Se deschide robinetul apei de răcire şi se cuplează întrerupătorul principal K 1.

b. Vidul preliminar se realizează punînd ventilul de vid V2 în poziţia VV/HP şi cuplînd pompa rotativă de vid de la comutatorul K3, care se pune în poziţia VP. Pompa se pune în funcţiune şi după 5 secunde se aude cum cuplează ventilul de colţ. Comutatorul K3 se trece în poziţia VP/HP, prin care se dă drumul încălzirii pompei de difuzie. Ventilul V2 se comută în poziţia VV/R pentru vidarea preliminară a clopotului de metalizare. Vidul din clopot se citeşte cu ajutorul instrumentului A4.

c. Curăţirea probei se cuplează cînd vidul indicat de instrumentul A4 este de 10^{-1} - 10^{-2} mm Hg, trecînd comutatorul K4 în poziţia "Glimmen". Prin reglarea ventilului cu ac VA din spatele clopotului se lasă o cantitate mică de aer în incinta vidată. Tensiunea de curăţire se reglează de la butonul P4. Instrumentul A2 indică tensiunea, iar A3 intensitatea curentului de curăţire. După trecerea timpului de curăţire, butonul P4 se duce la zero şi comutatorul K4 se readuce de asemenea în poziţia O.

d. Vidul înaintat se obţine după o încălzire de 10 minute a pompei de difuzie şi existenţa unui vid de cel puţin 10^{-1} mm Hg în clopotul de metalizare, trecînd ventilul de vid V2 în poziţia HV. Vidul va fi indicat de instrumentul A 5.

e. Metalizarea se cuplează după obţinerea vidului necesar de 10^{-4} sau 10^{-5} mm Hg. Comutatorul K4 se pune în poziţia "Bedampfen", comutatorul K5 se trece în poziţia corespunzătoare dispozitivului de evaporare montat, iar cu ajutorul butonului P4 se reglează curentul de evaporare, care se poate citi pe instrumentul A1.

După terminarea metalizării respective, butonul P4 se readuce la zero, comutatorul K4 de asemenea la zero, iar de la comutatorul K5 poate fi cuplat un alt dispozitiv de evaporare, fără ~~ vidarea să fie decuplată. Astfel fiind montate în prealabil mai multe dispozitive de evaporare, asupra aceleiaşi probe se pot efectua acoperiri, metalizări sau umbriri cu diferite materiale.

f. Schimbarea probei se poate realiza după decuplarea încălzirii evaporatorului de la butonul P4 şi comutatorul K4, prin rotirea manetei ventilului de vid V2 în poziţia VV/HP şi apăsarea pe butonul de aerisire a ventilului V2, prin care se introduce aer în clopot, pompele de vidare rămînînd în funcţiune. Incălzirea probei se decuplează cu 10 minute înainte de aerisirea clopotului. După terminarea lucrărilor de montare a probei şi a evaporatorului, ventilul V2 se pune în poziţia VV/R, apoi la atingerea vidului de 10^{-1}, în poziţia HV.

g. Decuplarea aparatului se face în următoarea ordine: butonul P4 se întoarce la zero, comutatorul K4 la zero, comutatorul K3 în poziţia VP, iar ventilul de vid în poziţia VV/HP. După cca 20 minute necesare răcirii pompei de difuzie, ventilul de vid V2 se pune în poziţia "zu", comutatorul K3 la zero, întrerupătorul general K1 la 0 şi se închide robinetul apei de răcire. Instalaţia rămîne sub vid.

În cazul rotiri mesei cu proba, motorul de antrenare se cuplează de la comutatorul K6, iar turaţia se reglează de la potenţiometrul P6. Diafragma rabatabilă poate fi comandată manual în timpul lucrului de la o rozetă care se află în partea dreaptă, la baza suportului clopotului de metalizare.

9.3. PREPARAREA FOLIILOR METALICE

Foliile metalice subţiri pot fi folosite pentru studii directe prin transparenţă la microscoape electronice, dacă grosimea lor nu depăşeşte 100 nm, iar tensiunea de accelerare este de cel puţin 100 kV. Prin metoda foliilor metalice subţiri se pot studia de exemplu dislocaţiile din aliajele deformate, zonele Guinier-Preston din duraluminuri, precipitarea unor faze ultrafine la limitele grăunţilor, transformarea martensitică etc. Se pot obţine folii subţiri pe cale mecanică (prin şlefuire, laminare), prin metode electrochimice (corodare chimică, subţiere electrolitică, prin eroziune electrică) sau prin metalizare (evaporare în vid, precipitare din soluţii, depunere electrolitică sau metalizare din fază lichidă).

Cel mai frecvent se utilizează metoda de subţiere combinată, care se realizează în două faze:

a. Subţierea iniţială pînă la grosimea de 0,1 - 0,05 mm, prin şlefuire, corodare chimică, electroliză sau eroziune electrică. Pentru şlefuire proba se lipeşte pe un disc plat cu bandă adezivată pe ambele feţe, prelucrarea realizîndu-se pe hîrtie abrazivă fină, pe o parte, apoi pe cealaltă a foliei. Corodarea chimică se efectuează asupra unor discuri de 0,3 - 1 mm grosime, prin introducerea în soluţii concentrate de acizi (pentru oţeluri carbon şi slab aliate - 40 % HNO_3 + 10 % HF + 50 % H_2O; pentru oţeluri inoxidabile - 35 % HNO_3 + 10 % HF + 15 % HCl + 40 % H_2O). Lustruirea electrolitică pentru subţierea probelor de oţeluri inoxidabile austenitice şi de aluminiu dă rezultate foarte bune, însă la oţeluri carbon apar dificultăţi mari.

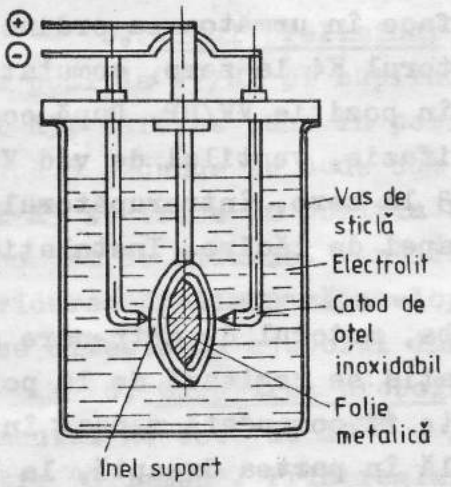


Fig.9.10. Schema de principiu a subţierii finale a foliilor metalice pe cale electrolitică

b. Subţierea finală urmăreşte reducerea grosimii foliilor metalice presubţiate sub valoarea de 100 nm. Acest lucru se poate realiza numai pe cale electrolitică, plasînd proba în poziţie verticală între doi electrozi de oţel inoxidabil, legaţi la polul negativ al sursei de curent. Electrozii catodici pot fi plaţi sau punctiformi. Cel mai utilizat este dispozitivul de subţiat electrolitic cu doi catozi ascuţiţi (fig. 9.10). Folia de prelucrat se prinde într-un suport inelar, legat la polul pozitiv al sursei de curent, iar catozii încovoiaţi şi ascuţiţi la vîrf atacă concomitent ambele feţe ale probei, formîndu-se în dreptul lor mici orificii, în jurul cărora folia va avea cea mai mică grosime. După terminarea procesului electrolitic, folia se spală în apă, apoi în alcool, se usucă şi se montează între două grilaje suport. Calitatea probei se verifică în prealabil pe microscop optic.

Pentru subţierea finală a foliilor de oţeluri carbon sau slab aliate se recomandă un electrolit compus din acid acetic (1000 ml), CrO_3 (200 g) şi apă distilată (40 ml), tensiunea curentului fiind de 20-30 V. La oţeluri inoxidabile se foloseşte un electrolit

format din acid ortofosforic (60 %) şi acid sulfuric (40 %), la o tensiune de 9 V, iar la subţierea aluminiului şi aliajelor lui se recomandă acid percloric de 70 % (50-100 ml) în alcool etilic de 96 % (1000 ml), la tensiunea de 20 V.

9.4. CONSTRUCTIA SI DESERVIREA MICROSCOPULUI ELECTRONIC BS 242

Microscopul electronic de masă TESLA BS 242 E funcţionează prin transmisie, asigurînd o putere rezolutivă de 2,5nm. Mărirea se poate regla între 1000:1 şi 30.000:1. Aparatul se compune din coloana microscopului, pompa rotativă de vid preliminar, pupitru electronic de comandă, sursă stabilizată de curent de 24 V şi un autotransformator cu tensiune reglabilă. Tensiunea de accelerare a fascicolului electronic este de 40 kV sau 60 kV.

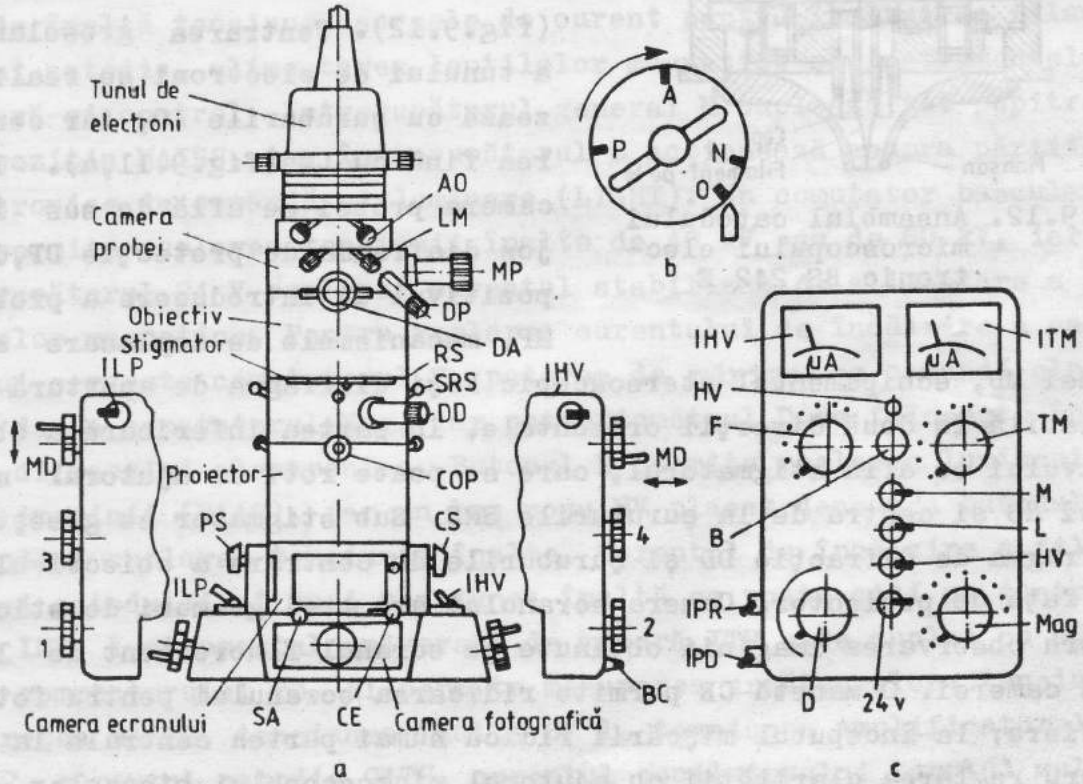


Fig.9.11. Microscopul electronic de masă BS 242 E
a-coloana microscopului; b-ventilul de vid cu trei căi; c-pupitrul electronic de comandă

Coloana microscopului (fig.9.11,a) se compune din tunul de electroni, camera probei, obiectiv, stigmator, proiector, camera ecranului şi camera fotografică. In spatele coloanei se află pompa de difuzie de vid înaintat, deasupra căruia se găseşte un ventil de vid cu mai multe căi (fig.9.11,b). Maneta ventilului va fi

rotită numai în sensul rotirii acelor ceasornicului, cele patru poziţii corespunzînd următoarelor situaţii de funcţionare: A-poziţia cînd microscopul nu funcţionează, toate ventilele sînt închise şi se introduce aer în pompa rotativă; P-poziţia de vidare preliminară cu pompa rotativă a coloanei microscopului; O-poziţia de lucru a microscopului, cînd pompa rotativă videază pompa de difuzie, care este cuplată cu coloana microscopului pentru obţinerea vidului înalt; N-poziţia de introducere a aerului în coloana microscopului separată de pompele de difuzie şi rotativă, care rămîn în funcţiune (pentru schimbarea materialui foto, schimbarea catodului, a diafragmelor etc. în timpul funcţionării).

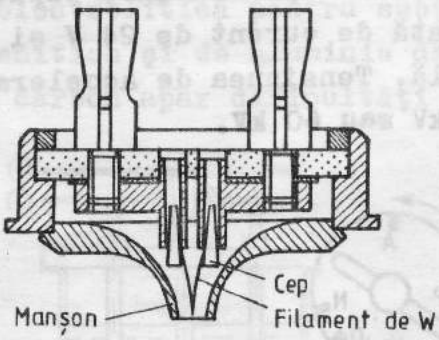


Fig.9.12. Ansamblul catodului microscopului electronic BS 242 E

Catodul este îndoit în formă de V din sîrmă de wolfram de 0,1 mm şi introdus în dispozitivul portcatod al tunului de electroni (fig.9.12). Centrarea grosolană a tunului de electroni se realizează cu şuruburile AO, iar centrarea fină cu LM (fig.9.11,a). In camera probei se află de sus în jos diafragma de protecţie DP, dispozitivul de introducere a probei MP, mecanismele de deplasare a probei MD, echipamentul stereoscopic F şi diafragma de apertură DA, reglabilă în două direcţii orizontale. In partea inferioară a obiectivului se află stigmatorul, care se poate roti cu ajutorul manetei RS şi centra de la şuruburile SRS. Sub stigmator se găseşte diafragma de difracţie DD şi şuruburile de centrare a obiectivului COP faţă de proiector. Camera ecranului are trei geamuri de sticlă pentru observarea imaginii obţinute pe ecranul fluorescent de la baza camerei. O manetă CE permite ridicarea ecranului pentru fotografiere; la începutul mişcării ridică numai partea centrală la 45° pentru reglarea clarităţii cu ajutorul microscopului binocular de 10 x mărire fixat în exteriorul camerei. Prin tragerea butonului SA se poate introduce aer în coloana microscopului, cînd maneta ventilului de vid este în poziţia N. Camera fotografică este integrată în talpa microscopului, putînd introduce fie un sertar cu casete pentru plăci fotosensibile de 5 x 5 cm, tip EU-2, fie un sertar cu casete pentru fotografiere pe film de 24 x 36 mm, DK-3 sau DK-5. In partea posterioară a camerei ecranului poate fi observat

tubul vacuummetrului, care prin aspectul luminos permite o apreciere vizuală a calităţii vidului din coloana microscopului. Pe partea laterală a tălpii microscopului se află 4 rozete pentru reglarea claritătii imaginii prin focalizare de grad diferit: 1- focalizarea foarte grosolană; 2-focalizare grosolană; 3-focalizare fină; 4-focalizare foarte fină. Butonul BC permite verificarea centrării fascicolului electronic. Roţile cu manivele MD servesc la deplasarea probei în cele două direcţii rectangulare X-Y prin două tuburi bowden. Intrerupătorul ILP de pe suprafaţa stîngă a tălpii cuplează curentul pentru lentila magnetică de proiecţie, iar întrerupătorul IHV din dreapta, cuplează tensiunea înaltă. In stînga, deasupra tălpii, este plasat potenţiometrul PS pentru reglarea electrică a stigmatorului, iar în dreapta comutatorul CS pentru cuplarea modului de lucru a stigmatorului.

Pupitrul electronic de comandă (fig.9.11,c) cuprinde sursa de înaltă tensiune, sursele de curent pentru încălzirea filamentului catodic, alimentarea lentilelor magnetice şi instrumentele de măsură şi control. Intrerupătorul general M cuplează tot pupitrul în poziţia MAINS, iar întrerupătorul L acţionează asupra părţii electronice de comandă şi luminare (LIGHT). Un comutator basculant HV permite cuplarea tensiunii înalte de 40 kV sau de 60 kV, iar întrerupătorul 24 V cuplează curentul stabilizat de alimentare a lentilelor magnetice. Pentru reglarea curentului de încălzire a catodului serveşte comutatorul F, puterea de mărire se comandă electronic de la comutatorul Mag, iar potenţiometrul D se foloseşte în cazul difracţiei electronice. Butonul B permite reglarea luminozităţii imaginii (BIAS), iar un bec roşu HV plasat deasupra butonului B indică cuplarea tensiunii înalte. Curentul de încălzire a filamentului catodului şi apoi tensiunea înaltă se poate citi pe instrumentul IHV. Instrumentul universal de măsură ITM este cuplat cu ajutorul comutatorului TM. El permite măsurarea următoarelor: tensiunea de reţea MAINS, tensiunea înaltă HV 1, tensiunea amplificatorului HV 2, curentul catodic CATH, curentul oscilatorului tubului multiplicator MULT, tensiunea stabilizată de 24 V, curentul stigmator STIGM, curentul de focalizare OBJ 3 şi OBJ 4, valoarea vidului în coloana microscopului VAC, tensiunea stabilizată de 370 V la V1, stabilitatea tensiunii de 370 V la Δ V1 şi Δ V2 şi curentul de reglare a puterii de mărire MAGN. In majoritatea cazurilor acul indicatorului ITM în funcţionare normală trebuie să fie pe valoarea de 150 $\pm$ 5 diviziuni. Pe panoul din spate, întrerupătorul de sus IPR cuplează pompa rotativă, iar cel de jos IPD, pompa de difuzie.

Stabilizatorul de tensiune de 24 V alimentează lentilele magnetice şi se pune în funcţiune cuplînd întrerupătorul lui şi apăsînd pe butonul siguranţei automate, cînd se luminează becul roşu de semnalizare. Autotransformatorul de asemenea are un întrerupător de cuplare, iar tensiunea se reglează de la rozeta de reglaj, în aşa fel ca pe instrumentul de măsură universal ITM, poziţia MAINS a comutatorului TM, să apară o indicaţie de 150.

9.4.1. Cuplarea aparatului

Se poate face numai după ce ne-am convins că toate întrerupătoarele sînt decuplate (poziţia OFF), comutatoarele şi potenţiometrele sînt aduse la zero. Se fac următoarele operaţii:

- cuplarea autotransformatorului şi reglarea tensiunii de la rozeta autotransformatorului pînă la indicaţia de 150 μA de la ITM;
- cuplarea întrerupătorului general M al pupitrului de comandă;
- cuplarea iluminatului pupitrului de comandă L;
- cuplarea stabilizatorului de tensiune de 24 V;
- cuplarea pompei rotative de vid preliminar de la întrerupătorul IPR în momentul cînd prin rotirea ventilului de vid cu trei căi se depăşeşte cu 5 mm indicaţia A, trecînd apoi la P şi în final la O;
- mutînd comutatorul instrumentului universal de măsură TM în poziţia VAC, se continuă vidarea pînă la obţinerea valorii de 80 μA pe instrumentul ITM;
- cuplarea pompei de difuzie de la întrerupătorul IPD de pe panoul din spate al pupitrului de comandă, avînd o indicaţie de 80 μA pe instrumentul ITM, iar la semnalizatorul vizual al vidului din camera ecranului o lumină concentrată în interiorul plasei. Pompa de difuzie se încălzeşte în cca 15 minute, după care cca 30 de min durează obţinerea vidului final, indicat de instrumentul ITM la valoarea de 20-30 μA (vidul necesar se va obţine numai dacă în camera fotografică a fost plasat recipientul cu pentoxid de fosfor);
- cuplarea tensiunii de 24 V pe pupitrul de comandă;
- cuplarea proiectorului de la întrerupătorul ILP de pe talpa din stînga microscopului;
- cuplarea tensiunii înalte (40 sau 60 kV) de la întrerupătorul IHV de pe talpa din dreapta microscopului, după ce ne-am

convins că vidul este corespunzător,<20 μA pe instrumentul ITM. Se aprinde becul roşu HV pe panoul pupitrului de comandă, iar instrumentul IHV indică cca 40 μA;

- cuplarea încălzirii filamentului catodului, rotind comutatorul F spre dreapta pînă la poziţia 4-6. Trebuie să apară o luminozitate pe ecranul fluorescent, iar instrumentul IHV va indica cca 50 μA (deja se lucrează în întuneric).

9.4.2. Montarea probei şi manipularea microscopului

Se vor realiza după ce în prealabil a fost decuplată tensiunea înaltă (întrerupătorul IHV), s-a redus la 0 comutatorul încălzirii filamentului F şi a fost decuplat proiectorul ILP. Rozetele manipulatorului probei MD de asemenea se aduc la zero. Se execută:

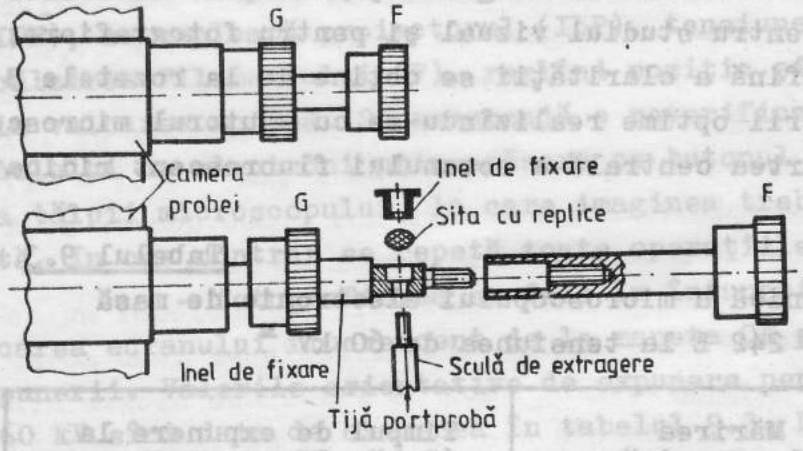


Fig.9.13. Dispozitivul de introducere a replicii de la microscopul electronic BS 242 E
G-manşon de blocare; F-rozetă de înşurubare şi extragere

- extragerea tijei port probă (fig. 9.13) pentru care se introduce şi se înşurubează spre dreapta tija de extracţie cu rozeta F, se decuplează inelul de fixare G prin rotire şi extragere şi se trage rozeta F pînă apare joncţiunea cu tija port probă;

- montarea probei după ce s-a procedat la deşurubarea tijei de extragere şi îndepărtarea inelului de fixare cu grilajul port probă, folosind o sculă specială de extragere. Sita cu noua replică se introduce în orificiul probei, se introduce inelul de fixare şi se înşurubează la loc tija de fixare F;

- introducerea probei în microscop se realizează prin apăsare pînă la refuz a rozetei F, avînd în vedere ca să nu fie rotită, iar semnul de pe rozetă să rămînă deasupra. Se închide manşonul G şi se deşurubează tija de fixare, care apoi se extrage cu cca 5-8 mm.

Urmează:

- verificarea vidului (< 20 μA);

- cuplarea proiectorului de la ILP;
- cuplarea tensiunii înalte la 60 kV de la întrerupătorul HV de pe pupitrul de comandă şi apoi cuplarea întrerupătorului IHV de pe talpa microscopului;
- cuplarea încălzirii filamentului (comutatorul F), pentru formarea luminozităţii pe ecranul fluorescent;
- aducerea replicii în cîmpul vizual cu ajutorul rozetelor MD;
- focalizarea grosolană a imaginii de la rozetele 1 şi 2;
- verificarea centrării tunului electronic, a luminozităţii maxime şi a centrării diafragmei de apertură;
- cuplarea puterii de mărire necesare de la comutatorul Mag. conform tabelului 9.3;
- corectarea focalizării imaginii şi căutarea locurilor celor mai potrivite pentru studiul vizual şi pentru fotografiere;
- reglarea fină a claritătţii se obţine de la rozetele 3 şi 4, observarea valorii optime realizîndu-se cu ajutorul microscopului binocular pe partea centrală a ecranului fluorescent ridicat la 45°.

Tabelul 9.3

Mărirea electronică a microscopului electronic de masă tip BS 242 E la tensiunea de 60 kV *

Poziţia comutatorului Magnification	Mărirea electronică	Timpul de expunere la 60 kV, 55 μA
1	1000:1	1 sec
2	2300:1	2 sec
3	3400:1	4 sec
4	5100:1	5 sec
5	8000:1	6 sec
6	11600:1	8 sec
7	14500:1	10 sec
8	19000:1	11 sec
9	25000:1	13 sec
10	34000:1	15 sec

* film pozitiv DK 5 de 5 DIN sensibilitate

9.4.3. Fotografierea imaginii

Se poate face numai dacă caseta foto este încărcată cu material fotosensibil. In caz contrar se fac următoarele manevre, considerînd microscopul în funcţiune:

- decuplarea tensiunii înalte (IHV), a încălzirii filamentului (F) şi a proiectorului (ILP);

- rotirea ventilului de vid în poziţia N;

- introducerea aerului în coloana microscopului de la butonul SA;

- scoaterea casetei, încărcarea în camera obscură şi introducerea la loc, apăsînd cu mîna, pînă la pornirea vidării;

- rotirea ventilului de vid în poziţia A apoi în poziţia P, la care se face previdarea coloanei microscopului, pînă la atingerea vidului indicat la ITM de 80 μA;

- rotirea ventilului de vid în poziţia O, după atingerea vidului indicat pe instrumentul ITM la valoarea de 80 μA (după cca 15 min);

- după obţinerea vidului înalt (20 μA pe instrumentul ITM), se cuplează proiectorul (ILP), tensiunea înaltă (IHV) şi încălzirea filamentului (F), reglînd poziţia şi focalizarea imaginii la valoarea optimă. Se recomandă o reverificare a centrării fascicolului de electroni prin apăsare pe butonul BC din partea dreaptă a tălpii microscopului, la care imaginea trebuie să rămînă nemişcată. In caz contrar se repetă toate operaţiile de centrare;

- fotografierea se face în întuneric complet, prin ridicarea ecranului fluorescent de la maneta CE pe timpul necesar expunerii. Valorile orientative de expunere pentru un film DK 5, la 60 kV sînt date de asemenea în tabelul 9.3. După terminarea expunerii se trage filmul sau se schimbă placa fotografică, acţionînd maneta respectivă de pe caseta fotografică.

9.4.4. Decuplarea microscopului

Se face la terminarea lucrului, în următoarea ordine:

- decuplarea înaltei tensiuni (IHV), a încălzirii filamentului (F) şi a curentului proiectorului (ILP);

- rotirea ventilului de vid în poziţia N şi decuplarea încălzirii pompei de difuzie (IPD);

- decuplarea iluminării pupitrului de comandă (L), a tensiunii de 24 V de pe pupitru şi a stabilizatorului de tensiune;

- după 15 min de răcire a pompei de difuzie, maneta ventilului de vid se roteşte în poziţia A, la mijlocul cursei decuplînd pompa rotativă de vid preliminar (IPR);

- reducerea la zero a tensiunii de la autotransformator, decuplarea întrerupătorului general M al pupitrului de comandă şi decuplarea autotransformatorului.

10

STUDIUL METALELOR PRIN MICROSCOPIE ELECTRONICA CU BALEIAJ

Necesitatea pătrunderii dincolo de limitele vizibilului, a dus la apariţia şi dezvoltarea opticii electronice. In microscopia electronică, studiile s-au îndreptat spre analiza mişcării electronilor în vid sub influenţa cîmpurilor electrice şi magnetice.

Pentru mărirea puterii rezolutive a microscoapelor obişnuite, s-a trecut la folosirea drept sursă de iluminare a unei radiaţii electromagnetice cu lungime de undă mai mică decît cea a spectrului vizibil al luminii ($\lambda < 2000$ Å = 200 nm). S-a ajuns astfel la microscoapele electronice cu rezoluţii garantate de 1,2 Å (1Å = 1.10^{-7} mm, 1 nm = 10 Å) şi puteri de mărire pe placă fotografică de 800.000:1 (un atom are diametrul egal cu $\sim$ 2-3 Å).

Raza de lumină a microscopului obişnuit a fost înlocuită cu un fascicol de electroni emis de un filament încălzit, prin aplicarea unei tensiuni înalte la extremităţile sale. Lentilele clasice din sticlă sau cuarţ au fost înlocuite de cîmpuri electrice sau magnetice generate de bobine sau discuri metalice, ce poartă pe suprafaţa lor un anumit potenţial. Aceste cîmpuri devin lentile electrostatice sau electromagnetice cu rol de dirijare a spotului de electroni.

Pentru ca o bobină să devină lentilă, trebuie ca fanta centrală prin care ies liniile de forţă să fie extrem de mică. Numai în acest mod se poate concentra la maxim cîmpul magnetic.

Concentrarea cîmpului magnetic se realizează prin introducerea în canalul central al bobinei a unor piese metalice denumite piese polare. Piesele polare sînt cele mai valoroase repere ale microscopului, ele reprezentînd secrete de fabricaţie.

10.1. MICROSCOPUL ELECTRONIC CU BALEIAJ TESLA BS 300

Microscopul electronic cu baleiaj BS 300, este fabricat de firma TESLA din Cehoslovacia.

In limbajul obişnuit se foloseşte prescurtarea denumirii acestui tip de microscop în limba engleză: SEM (Scanning Electron Microscope).

Acest tip de microscop realizează măriri pînă la 250.000:1 şi rezoluţii de 125 Å.

Probele metalografice pot avea forme şi dimensiuni diferite, cu suprafeţe neregulate. Imaginile furnizate sînt tridimensionale. In fig.10.1 se prezintă schema constructivă a microscopului electronic cu baleiaj. Fascicolul de electroni produs de un tun electronic TE, este captat şi micşorat la maxim cu ajutorul unor lentile electromagnetice C_1, C_2. Fascicolul de electroni astfel îngustat (diametrul sub 100 Å) şi accelerat, este proiectat pe suprafaţa probei metalografice (P). Prin interiorul bobinelor de deflexie BD străbătute de un curent produs de un generator de baleiaj G, spotul de electroni este obligat să se deplaseze pe suprafaţa probei. In urma impactului dintre fascicolul de electroni primari şi suprafaţa probei, acesta va emite electroni secundari. Electronii secundari sînt captaţi de un detector de electroni DES. Curentul generat de aceştia, este trecut printr-un fotomultiplicator F, amplificat în A, apoi trimis într-un tub catodic TC cu scopul transformării acestuia în imagine. Generatorul de baleiaj aflat în contact şi cu tuburile catodice TC, realizează o perfectă sincronizare între mişcarea spotului de electroni primari şi curentul generat de electronii secundari, pe ecranul tubului catodic.

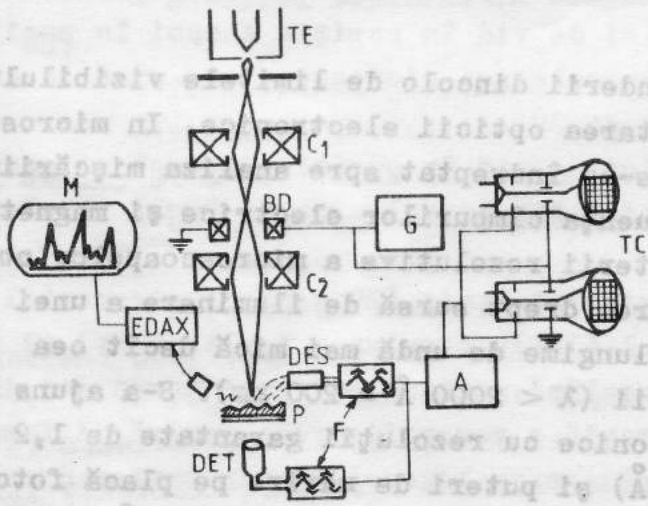


Fig.10.1. Schema constructivă a microscopului electronic cu baleiaj
TE-tun electronic; C_1, C_2-lentile condensoare; BD-bobină de deflexie (baleiaj); P-probă metalografică; DET-detector de electroni transmişi; EDAX-detector de raze X; M-monitor TV; F-fotomultiplicator; G-generator de baleiaj; A-amplificator; TC-tuburi catodice pentru afişarea imaginii

Microscoapele electronice cu baleiaj, la cerere pot fi echipate de către firmele producătoare şi cu dispozitiv de detectare a electronilor transmişi (DET), sau cu detector de raze X denumit EDAX, utilizat la efectuarea analizelor elementare.

10.2. PĂRTILE COMPONENTE ALE MICROSCOPULUI ELECTRONIC CU BALEIAJ TESLA BS 300

In ansamblu, orice microscop electronic cu baleiaj este alcătuit din trei sisteme independente:

1. Sistemul electronooptic
2. Sistemul de vid
3. Sistemul de operare şi afişaj

10.2.1. Sistemul electronooptic

Este compus din coloana microscopului, incinta probei metalografice şi detectorul de electroni.

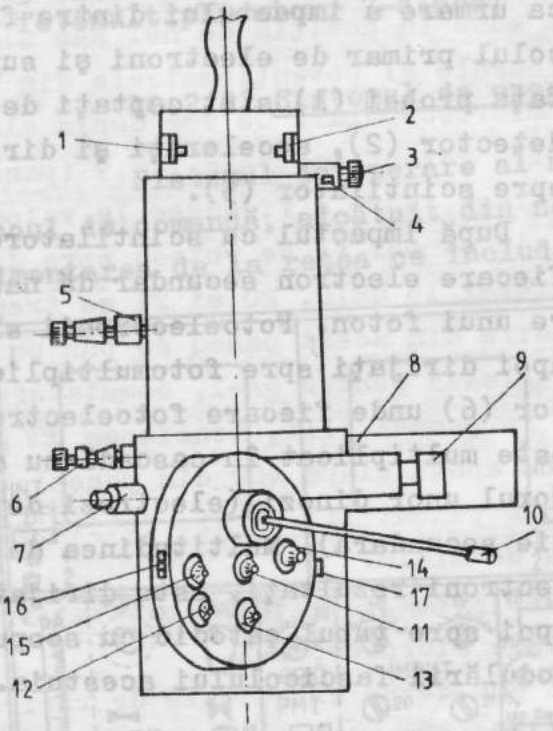


Fig.10.2. Coloana microscopului electronic cu baleiaj Tesla BS 300
1,2-buton pentru reglarea catodului; 3-buton pentru reglarea verticală a anodului; 4-indicatorul distanţei dintre anod şi catod; 5-diafragmă condensoare; 6-diafragmă obiectiv; 7-iluminarea incintei probei; 8-tubul scintilatorului şi fotomultiplicatorului; 9-maneta ventilului de separare; 10-tija suportului port piesă; 11,12,13,14,15-rozete pentru deplasarea probei (direcţia x,y,z); 16,17-clape pentru demontarea sistemului goniometric

Coloana microscopului, de aproximativ 80 cm înălţime, prezentată cu părţile ei componente în fig. 10.2, are în partea superioară tunul electronic. Figura 10.3 prezintă schematic tunul electronic cu filament de wolfram în formă de "V". Emisia de electroni începe odată cu aplicarea unei tensiuni pe filamentul de wolfram şi creşte odată cu creşterea curentului de încălzire a acestuia. Filamentul are rol de catod. Cilindrul Wehnelt are rolul unei lentile electrostatice cu sarcina de focalizare a fascicolului de electroni.

Pentru a realiza un potenţial pozitiv al filamentului în raport cu cilindrul Wehnelt, care are un potenţial negativ, între cilindru şi filament se intercalează un rezistor de valoare mare.

In incinta coloanei se află şi 2 lentile condensoare, fiecare fiind adăpostită de un blindaj metalic de formă cilindrică. Lentilele condensor sînt alimentate de curent continuu. Prima lentilă condensoare micşorează prima imagine focalizată a fascicolului de electroni, obţinută la ieşirea din apertura cilindrului Wehnelt, reducîndu-i diametrul la 1-15 μm.

A doua lentilă condensor preia spotul de electroni şi-l proiectează sub forma unui fascicol luminos spre suprafaţa probei. Detectorul de electroni (fig.10.4) este compus din trei elemente: colector, scintilator şi fotomultiplicator.

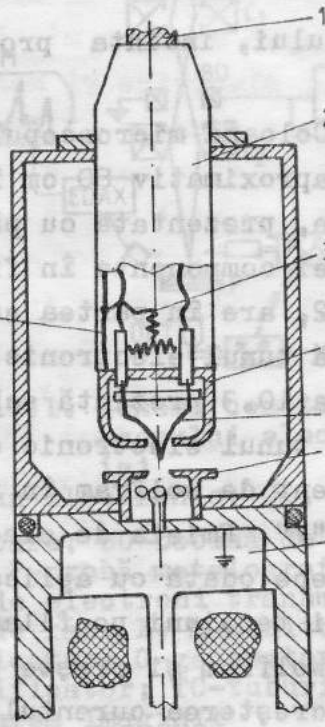


Fig.10.3. Tunul electronic cu filament în "V"
1-cablu de înaltă tensiune; 2-izolator cablu; 3-rezistor de bias; 4-cilindru Wehnelt; 5-filament (catod); 6-anod; 7-condensor

Electronii secundari rezultaţi ca urmare a impactului dintre fascicolul primar de electroni şi suprafaţa probei (1) sînt captaţi de un detector (2), accelerati şi dirijaţi spre scintilator (5).

După impactul cu scintilatorul, fiecare electron secundar dă naştere unui foton. Fotoelectronii sînt apoi dirijaţi spre fotomultiplicator (6) unde fiecare fotoelectron este multiplicat în cascadă cu ajutorul unor dinozi (electrozi de emisie secundară). Multitudinea de electroni rezultaţi, este dirijată apoi spre tubul catodic cu scopul modulării fascicolului acestuia.

10.2.2. Sistemul de vidare

Este alcătuit dintr-o pompă rotativă cu ulei ce realizează un vid preliminar de ordinul $10^{-1} \div 10^{-2}$ torr şi o pompă de difuzie cu ulei, răcită cu apă, ce realizează un vid ridicat de $10^{-5} \div 10^{-6}$ torr (chiar 10^{-10} torr).

Se cere realizarea unui vid înalt, în scopul obţinerii fascicolului de electroni generat de tun sub o formă cît mai coerentă şi rectilinie, fără nici o deviaţie, operaţie ce se poate realiza numai într-o atmosferă cu puritate maximă.

In maximum 30 minute de la pornirea instalaţiei, sistemul de vidare, prin legăturile sale, realizează vidarea coloanei,

camerei probei, camerei de preevacuare a probei, precum şi a restului de subansamble pînă la ecranul fluorescent.

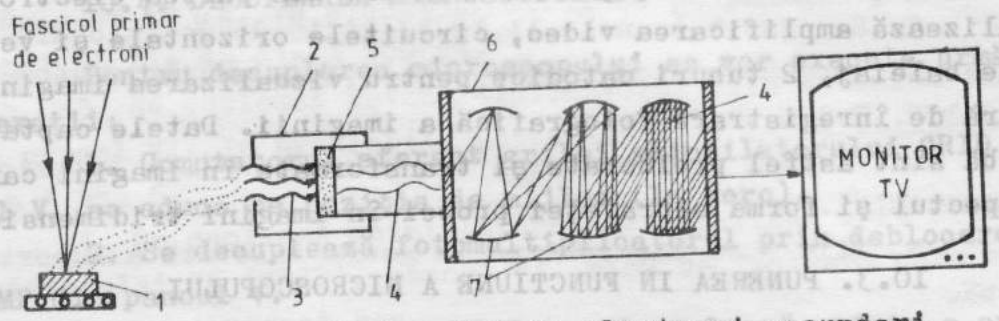


Fig.10.4. Schema detectorului de electroni secundari
1-probă metalografică; 2-detectori de electroni secundari; 3-electroni secundari; 4-fotoelectroni; 5-scintilator; 6-fotomultiplicator; 7-dinozi

10.2.3. Sistemul de operare şi afişaj

Sistemul de operare al microscopului electronic cuprinde: panoul de comandă, alcătuit din nouă blocuri distincte (fig.10.5), alimentarea de la reţea ce include stabilizatoarele de curent şi

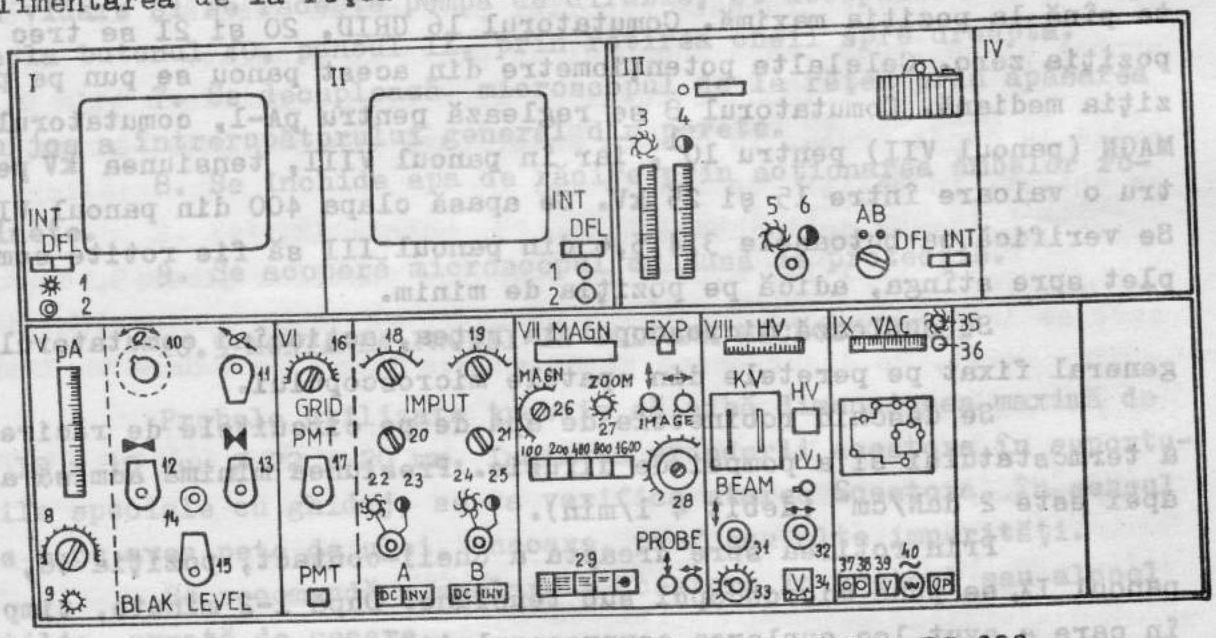


Fig.10.5. Panoul de comandă al microscopului TESLA BS 300
Panoul I - ecran video - canal A
Panoul II - ecran video - canal B
Panoul III - unitate de fotografiere
Panoul IV - unitate liberă
Panoul V - unitate de comandă a lentilelor magnetice
Panoul VI - unitatea de comandă, fotomultiplicator şi amplificator video - canal A-B
Panoul VII - unitate de reglare a puterii de mărire şi a modulului de baleiaj
Panoul VIII - unitate de reglare a tunului de electroni
Panoul IX - unitate de comandă pentru vidarea instalaţiei

tensiune şi circuitele de alimentare ale lentilelor, a filamentului şi a circuitelor de vid.

Sistemul de afişaj este alcătuit din partea electronică, ce realizează amplificarea video, circuitele orizontale şi verticale de baleiaj, 2 tuburi catodice pentru vizualizarea imaginii şi apertură de înregistrare fotografică a imaginii. Datele captate de la probă sînt astfel prelucrate şi transformate în imagini care redau aspectul şi forma suprafeţei probei în imagini tridimensionale.

10.3. PUNEREA IN FUNCTIUNE A MICROSCOPULUI

Inainte de cuplarea microscopului la reţea, se impune verificarea condiţiilor microclimatice: temperatura 18-27°C, umiditatea maximă a camerei 60 %. Se aduc în poziţia de nul sau minim toate clapele, butoanele, comutatoarele şi potenţiometrele din panoul de comandă şi de pe coloana microscopului. Se vor cupla clapele notate INT din panourile I şi II. Potenţiometrele 1,5,9 (panourile I,II,III,V) se rotesc spre stînga, spre a fi aduse la valoarea minimă. Potenţiometrele 23 şi 25 din panoul VI se rotesc spre dreapta pînă la poziţia maximă. Comutatorul 16 GRID, 20 şi 21 se trec pe poziţia zero. Celelalte potenţiometre din acest panou se pun pe poziţia mediană. Comutatorul 8 se reglează pentru pA-1, comutatorul MAGN (panoul VII) pentru 10^1, iar în panoul VIII, tensiunea kV pentru o valoare între 15 şi 25 kV. Se apasă clapa 400 din panoul VII. Se verifică ca butoanele 3,4,5,6 din panoul III să fie rotite complet spre stînga, adică pe poziţia de minim.

Se cuplează microscopul la reţea, acţionînd comutatorul general fixat pe peretele din spatele microscopului.

Se deschid robinetele de apă de pe circuitele de răcire a termostatului şi a pompei de difuzie. Presiunea minimă admisă a apei este 2 daN/cm^2 (debit 4 l/min).

Prin rotirea spre dreapta a cheii-contact, poziţia 40, panoul IX, se pune microscopul sub tensiune. După 1-2 minute, timp în care a avut loc cuplarea compresorului de aer, se luminează cele 2 tuburi catodice, prin rotirea spre dreapta a potenţiometrelor 1 din panourile I şi II.

După 4-5 minute, dacă presiunea aerului din rezervorul compresorului atinge 5 daN/cm^2, se cuplează sistemul automat de vidare, prin apăsarea clapetei OP, din panoul IX. Vidarea microscopului care durează cca 20 minute, se poate urmări pe circuitul cu leduri de pe panoul IX. La terminarea vidării, clapa OP se luminează

în verde, iar instrumentul de măsurare a nivelului vacuumului din incinta microscopului trebuie să indice 10^{-5} torr.

10.4. DECUPLAREA MICROSCOPULUI

Pentru decuplarea microscopului se vor executa următoarele operaţii:

1. Comutatorul aferent grilei scintilatorului GRID din panoul V, se aduce pe poziţia de mijloc (la zero).

2. Se decuplează fotomultiplicatorul prin deblocarea clapei PMP din panoul V.

3. Clapa 34, panoul VIII, se decuplează printr-o apăsare uşoară. Stingerea becului alb din interiorul clapei indică anularea tensiunii de încălzire a filamentului catodului.

4. Se decuplează tensiunea înaltă, prin deblocarea clapei HV, panoul V (dispare luminozitatea roşie a clapei).

5. Printr-o apăsare a clapei verzi OP, panoul IX, se decuplează sistemul de vidare.

6. După 15-20 minute, timp în care se decuplează pompele de vidare şi se răceşte pompa de difuzie, se decuplează microscopul de la butonul 40, panoul IX, prin rotirea cheii spre dreapta.

7. Se decuplează microscopul de la reţea prin apăsarea în jos a întrerupătorului general din perete.

8. Se închide apa de răcire prin acţionarea ambelor robinete.

9. Se acoperă microscopul cu husa de protecţie.

10.5 MONTAREA PROBEI IN COLOANA MICROSCOPULUI

Probele utilizate trebuie să aibă dimensiunea maximă de Ø 10 x 10 sau Ø 22 x 20 mm. Inaintea prinderii acestora în suporturile speciale cu ghidaj, se va verifica starea acestora, în sensul de a nu avea pete de ulei, unsoare, praf sau alte impurităţi.

Se recomandă o spălare a acestora în acetonă sau alcool etilic, urmată de uscare.

Pulberile sau alte probe mici se fixează în suport după lipirea prealabilă pe mici discuri de aluminiu, utilizînd un adeziv special grafitat.

Pentru introducerea probei în coloana microscopului se execută următoarele operaţii:

1. Se decuplează microscopul conform punctelor 1,2,3,4 (capitolul "Decuplarea microscopului").

2. Se deschide ventilul 9 (fig.10.2) tip şiber al incintei probei, prin rotirea manetei în sus, extragerea şi rotirea în jos.

3. Se aduc butoanele 11,12,13,14,15 de poziţionare a suportului port probă (goniometrul) pe poziţiile neutre (X=500, Y=500, Z=100, T=000, R=000).

4. Clapa 7 prin apăsare, iluminează incinta interioară a goniometrului.

5. Tija 9 se înşurubează în gaura filetată a suportului de probă.

6. Se extrage suportul port probă şi se aduce în camera mică anterioară, de după ventil.

7. Se eliberează clapa 7 şi se închide ventilul 9 prin rotirea manetei acestuia în sus, introducere pînă la refuz şi rotire în jos.

8. Se acţionează butonul 37, panoul IX, pentru devidarea incintei probei. Se prinde dopul cu geam prin care trece tija 9 şi se scoate.

9. Se deşurubează suportul port probă existent la capătul probei şi se înşurubează suportul cu proba de studiat.

10. Se introduce dopul cu geam prin care trece tija 9, avînd la capăt proba, în camera anterioară goniometrului şi se ţine apăsat, în poziţia de închidere.

11. Se deblochează clapa 37, panoul IX.

12. După 1-2 minute se deschide ventilul şiber 9, după care se introduce prin împingere proba în ghidajul goniometrului.

13. Se deşurubează şi se scoate tija, după care se închide ventilul şiber 9.

14. După 1-2 minute, timp în care are loc vidarea coloanei, se deşurubează microscopul.

10.6. STUDIUL PROBELOR CU EMISIE DE ELECTRONI SECUNDARI

După montarea probei în coloana microscopului se cuplează microscopul. Tensiunea de alimentare a filamentului va fi de 5-25 kV.

Pentru realizarea emisiei de electroni secundari se parcurg următoarele etape:

1. Butonul roşu HV din panoul VIII se cuplează.

2. Prin apăsarea butonului 34 din acelaşi panou, se produce încălzirea catodului. Intensitatea curentului de încălzire se reglează din butonul 33. Pe aparatul de măsură, aceasta nu trebuie să depăşească 50 μA. Pe picoampermetrul de pe panoul V, indicaţia va trebui să fie de circa 100 pA.

3. Se cuplează fotomultiplicatorul prin apăsarea clapei P.M.T. panoul VI. In prealabil, potenţiometrul 17 se reglează pe poziţia 4 sau 5.

4. Se cuplează scintilatorul prin rotirea spre dreapta a comutatorului 16 (GRID), panoul VI, pînă ce imaginea care apare pe ecran are un contrast bun.

5. In continuare se fac reglajele necesare pentru îmbunătăţirea calităţii imaginii prin centrarea coloanei microscopului, înlăturarea distorsiunilor şi astigmatismului.

10.7. STUDIUL PROBELOR CU ELECTRONI REFLECTATI

Modul de lucru este similar cu cel de la punctele 1-5 de la emisia de electroni secundari.

Este necesară în continuare efectuarea următoarelor reglaje:

1. Rotirea comutatorului GRID spre stînga (panoul VI) dincolo de poziţia zero, la tensiuni negative de -10 pînă la -150V pe grilă.

2. Potenţiometrul 17, panoul VI, se roteşte spre dreapta (pînă la poziţia 8-10) cu scopul măririi sensibilităţii fotomultiplicatorului. Apare imaginea reflectată, la care în continuare se face reglajul clarităţii.

10.8. STUDIUL PROBELOR CU ABSORBTIE DE ELECTRONI

Microscopul se reglează pentru emisie cu electroni secundari. Se roteşte apoi comutatorul IMPUT (18 sau 19 - panoul VI) pe poziţia 2. Intrucît se lucrează fotografic prin fixarea imaginilor pe film, se fac reglajele corespunzătoare acestei operaţii. Numărul de linii de baleiaj se alege 1600, iar timpul de baleiaj vertical 0,5 secunde. Se cuplează din panoul VI clapa 1600 şi se roteşte butonul 28, corespunzător timpului ales. După rotirea spre dreapta a potenţiometrului Black Level pînă la atingerea intensităţii de 800-1000 pA (panoul V), se trece comutatorul 8-pA la valoarea 10^2 sau mai sus. După reglarea clarităţii imaginii se fotografiază

acţionînd pe rînd al doilea buton din gama de clape 29 (panoul VII), apoi intensitatea şi claritatea din butoanele 5,6 ale panoului III.

10.9. FOTOGRAFIEREA STRUCTURILOR

Fotografierea structurilor presupune introducerea unui film îngust în aparatul de fotografiat şi parcurgerea reglajelor următoare:

1. Obţinerea unei imagini cît mai clare pe ecranul TV.

2. Reglarea la maxim a clarităţii fotomultiplicatorului şi alegerea canalului de fotografiere A sau B, din panoul III.

3. Alegerea regimului de lucru cu imagine modulată pe intensitate luminoasă (cuplare INT - panoul III) sau cu imagine modulată în Y (cuplare DFL - panoul III).

4. Cuplarea clapei cu 800 sau 1600 linii de baleiaj, panoul VII.

5. Comutatorul timpului de baleiaj, panoul VII, se comută pe poziţia 20 sau 50.

6. Cuplarea clapei a doua din stînga, poziţia 29 - panoul VII, pentru funcţionare cu baleiaj comandat.

7. Intensitatea luminoasă pe instrumentul de măsură, panoul III, se aduce la valoarea 70...80 cu ajutoul butonului 2, iar contrastul de fotografiere se aduce la valoarea 30...40 cu butonul 3.

8. Se armează aparatul şi se corelează diafragma 6 de pe coloana microscopului, cu sensibilitatea filmului:

- diafragma 4 - pentru film 15 DIN
- diafragma 5,6 - pentru film 21 DIN
- diafragma 8 - pentru film 27 DIN.

9. Expunerea prin declanşarea clapei EXP de pe panoul VII.

10. După stingerea becului alb din interiorul clapei EXP se reduce la zero luminozitatea şi contrastul prin rotirea spre stînga a butoanelor 2 şi 3 din panoul III.

11. Se trece la expunerea următoare.

11

STUDIUL STRUCTURII ALIAJELOR DIN SISTEMUL FIER-CEMENTITĂ

Diagrama Fe-C, reprezentare grafică a relaţiei dintre temperatură şi compoziţie (la p = constantă) a elementelor fier şi carbon, este redată de STAS 2500-80. Practic, în această diagramă sînt luate în considerare doar aliajele Fe-C cu utilitate practică, limitate la un procent de 6,67 % corespunzător cementitei pure. Avînd în vedere posibilitatea de existenţă a carbonului sub formă de compus Fe_3C, sau sub formă liberă de grafit, diagrama Fe-C poate fi reprezentată ca diagramă $Fe-Fe_3C$ - siatemul metastabil şi Fe-grafit - sistemul stabil.

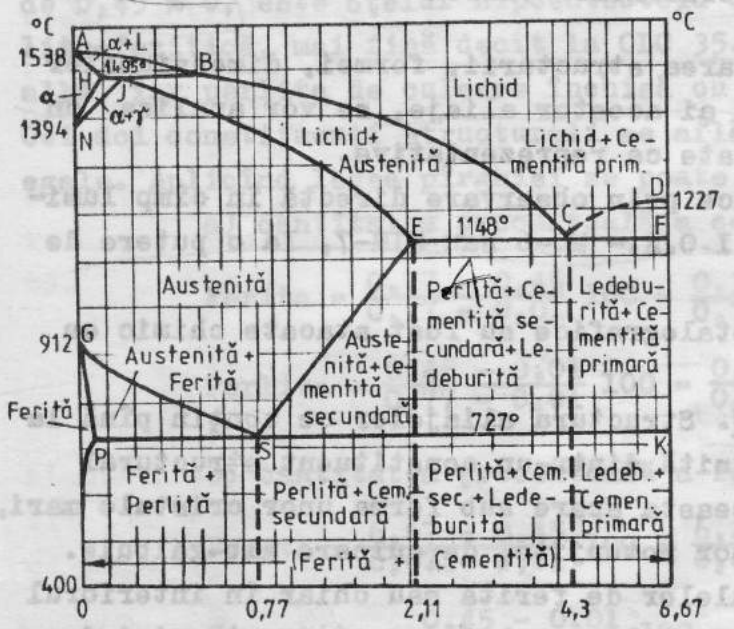


Fig.11.1. Diagrama $Fe-Fe_3C$ (sistemul metastabil)

Figura 11.1 reprezintă sistemul metastabil $Fe-Fe_3C$, cu indicarea tuturor constituenţilor structurali ce intră în alcătuirea aliajelor, obţinuţi printr-o recoacere de echilibru, adică o răcire foarte lentă împreună cu cuptorul. Indiferent de conţinutul de carbon, aliajele vor avea întotdeauna la temperatura ambiantă aceleaşi două faze, ferita şi cementita.

In funcţie de reactivitatea fierului cu carbonul, de natura şi reactivitatea constituenţilor structurali stabili la temperatura ambiantă, aliajele Fe-C se clasifică în două categorii:

- oţeluri ce conţin pînă la 2,11 % C;
- fonte ce conţin de la 2,11 pînă la 6,67 % C.

Eutectoidul diagramei, perlita, definit ca un amestecec fin de ferită şi cementită rezultat din descompunerea austenitei la temperatura constantă de 727°C şi la concentraţia de 0,77 % C, împarte domeniul structural al oţelurilor în oţeluri hipo şi hipereutectoide.

Oţelurile eutectoide au structura pur perlitică, cele hipoeutectoide ferito-perlitică, iar cele hipereutectoide perlito-cementitică. Odată cu creşterea conţinutului de carbon, creşte cantitatea de perlită conţinută de aliaj.

In mod similar, eutecticul diagramei ledeburita, definită ca amestec mecanic de perlită şi cementită (la temperatura ambiantă), format la temperatura constantă de 1148°C, avînd concentraţia de 4,3 %, delimitează domeniul fontelor în: fonte albe hipoeutectice cu structura formată din perlită, cementită secundară şi ledeburită şi fonte albe hipereutectice, cu structura alcătuită din ledeburită şi cementită primară. La 4,3 % carbon se află fonta albă ledeburitică.

11.1. STRUCTURA OTELURILOR CARBON

Pentru identificarea structurii, formei, dimensiunilor constituenţilor structurali ai acestor aliaje, se vor analiza un număr de 7 aliaje, considerate ca reprezentative.

Studiul se va face prin observare directă în cîmp luminos, utilizînd microscopul I.O.R.- MC-6 sau MIM-7, la o putere de mărire de 200 ... 300 : 1.

Toate probele metalografice au fost atacate chimic cu nital 3-5 %.

Oţel cu 0,01 % C. Structura aliajelor ce conţin pînă la 0,01 % C este practic alcătuită dintr-un constituent structural (o singură fază) ferita. Aceasta apare sub forma unor cristale mari, poligonale, cu colţurile uşor rotunjite, de culoare alb-gălbuie.

La limita cristalelor de ferită sau chiar în interiorul acestora, apar incluziuni nemetalice sub forma unor pete mici de culoare închisă (cenuşiu spre negru, fig.11.2).

Pentru conţinuturi de carbon cuprinse între 0,01 şi 0,0218 % C, în aliaj se produce o separare de cementită terţiară la limita grăunţilor de ferită, sub forma unor precipitări discontinue. Cantitatea de cementită terţiară fiind însă extrem de mică, separarea este vizibilă metalografic numai la măriri foarte mari.

Oţel cu 0,10 % C. Oţelul carbon de calitate OLC 10, STAS 880-88, are un conţinut mediu de 0,10 % C. Structura la temperatura ambiantă relevă prezenţa a doi constituenţi structurali: ferită proeutectoidă de culoare albă, alcătuind masa de bază structurală a aliajului şi perlita, în cantitate foarte mică (aproximativ 10%) sub forma unor cristale de culoare închisă (fig.11.3).

Perlita în urma atacului chimic cu nital sau acid picric, la puteri de mărire superioare, relevă aspectul său lamelar (lamele de cementită pe un fond de ferită).

Oţel cu 0,35 % C. Oţelul carbon de calitate OLC 35 este hipoeutectoid, prin urmare conform diagramei Fe-C are o structură ferito-perlitică (fig.11.4). Cu creşterea conţinutului de carbon, cantitatea de perlită creşte pînă la aproximativ 43 %. Se remarcă faţă de probele anterioare o scădere a dimensiunii cristalelor. Cu cît perlita va fi mai fină şi mai uniform răspîndită în masa de bază cu atît structura oţelului va fi mai omogenă, iar proprietăţile sale mecanice mai ridicate.

Oţel cu 0,45 % C. Reprezentativ pentru un conţinut mediu de 0,45 % C, este oţelul hipoeutectoid OLC 45. Structura este perlito-feritică, mai fină decît la OLC 35. Ferita apare de culoare albă, iar perlita de culoare închisă cu aspect lamelar (fig.11.5). Cei doi constituenţi structurali se află în cantităţi aproximativ egale. Aplicînd legea pîrghiei se poate afla:

a) cantitatea procentuală a constituenţilor structurali:

$$\text{Ferita} = \frac{0,77 - 0,45}{0,77 - 0,01} 100 = \frac{0,32}{0,76} 100 = 42,2\ \%$$

$$\text{Perlita} = \frac{0,45 - 0,01}{0,77 - 0,01} 100 = \frac{0,44}{0,76} 100 = 57,8\ \%$$

b) cantitatea procentuală a fazelor:

$$\text{Ferita} = \frac{6,67 - 0,45}{6,67 - 0,01} 100 = \frac{6,23}{6,66} 100 = 93,5\ \%$$

$$\text{Cementita} = \frac{0,45 - 0,01}{6,67 - 0,01} 100 = \frac{0,44}{6,67} 100 = 6,5\ \%$$

Oţel cu 0,60 % C. Un aliaj hipoeutectoid cu 0,60 % C este oţelul OLC 60. Are o structură predominant perlitică, aceasta avînd culoare închisă şi aspect lamelar. Ferita în cantitate redusă, se distribuie la limita cristalelor de perlită, sub forma unor reţele discontinue de culoare albă, cu marginile neregulate (fig. 11.6).

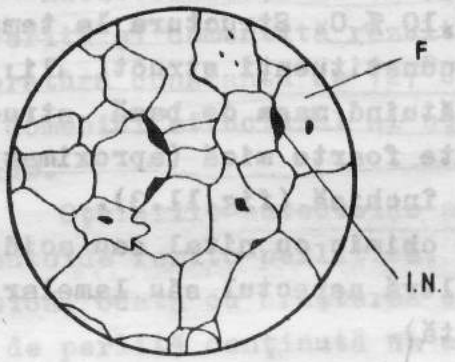


Fig. 11.2. Oțel cu 0,01 %C
Ferită și incluziuni nemetalice
(300:1)

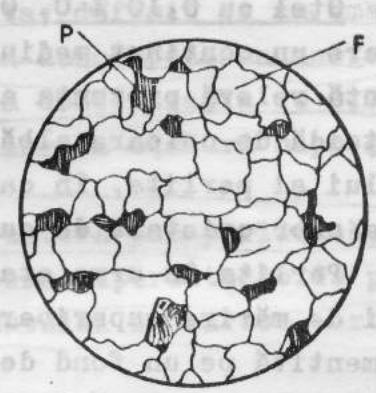


Fig. 11.3. OLC 10 Ferită și
perlită (300:1)

Fig. 11.4. OLC 35
Ferită și perlită (320:1)

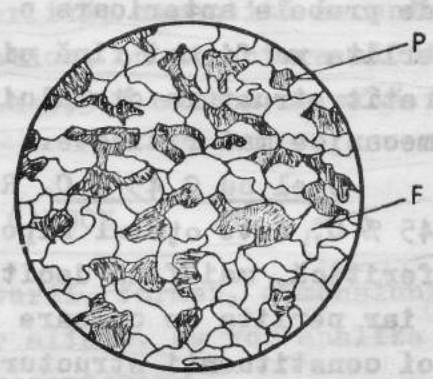


Fig. 11.5. OLC 45
Perlită și ferită (300:1)

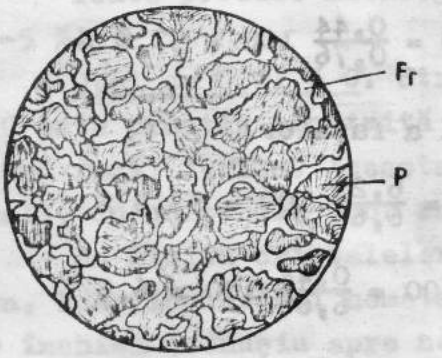


Fig. 11.6. OLC 60 Perlită și
ferită în rețea (500:1)

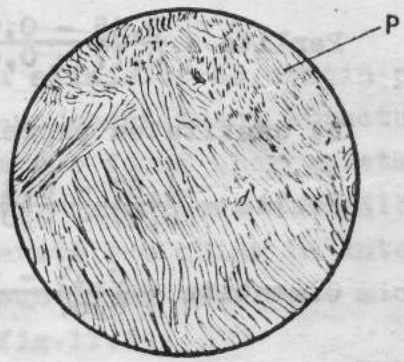


Fig. 11.7. OSC 8. Perlită (500:1)

Oţel cu 0,77 % C. Caracteristic acestei concentraţii, este oţelul carbon de scule OSC 8 STAS 1700-80, cu structură eutectoidă.

Masa de bază feritică inserează lamelele de cementită. Cele două faze ferita şi cementita se separă simultan la temperatura de 727°C din austenită eutectoidă. Cu cît viteza de răcire a aliajului va fi mai mare, fineţea lamelelor creşte.

Limita cristalelor de ferită nu se evidenţiază, perlita avînd o aranjare sub forma unor colonii de dimensiunea vechilor cristalelor de austenită din care provin (fig.11.7).

Oţel cu 1,1 % C. Oţelul carbon de scule OSC 11, are în medie 1,1 % C. Fiind un oţel hipereutectoid, are structura alcătuită din doi constituenţi structurali: perlită lamelară şi cementită secundară în reţea.

Cementita secundară liberă, distribuită sub forma unei reţele (rezultă din descompunerea austenitei saturate în carbon) după atac chimic cu nital, apare de culoare albă (fig.11.8). Cu creşterea conţinutului de carbon, reţeaua la început fină şi incompletă, devine grosolană. La atacul chimic cu soluţie alcalină de picrat de sodiu reţelele de cementită secundară se colorează în negru, masa de bază structurală rămînînd necolorată (fig.11.9).

Avînd o cantitate mai mare de cementită, oţelurile hipereutectoide în comparaţie cu cele hipoeutectoide, vor avea o structură mai grosolană, eterogenă, duritate şi fragilitate mai ridicată.

11.2. STRUCTURA FONTELOR ALBE

Fonta albă hipoeutectică cu 3,2 % C, la temperatura ambiantă are structura alcătuită din 3 constituenţi structurali:perlită, cementită secundară şi ledeburită şi din două faze: ferită şi cementită (fig.11.10).

Masa de bază este cementita. In contact cu nitalul, aceasta rămîne neatacată, de culoare deschisă. Perlita se prezintă sub forma unor colonii, cristale mari, cu forme neregulate, de culoare închisă. La puteri de mărire superioare se remarcă caracterul lamelar al acesteia.

Ledeburita nu formează cristale separate, ci se va constitui ca porţiuni de cementită de culoare albă, în care sînt înglobate lamele şi globule de perlită închise la culoare. Poate apărea avînd aceeaşi constituţie şi sub formă dendritică fină.

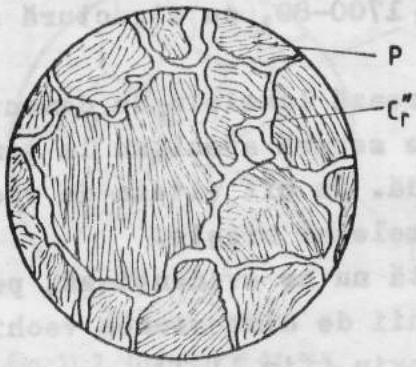


Fig. 11.8. OSC 11. Perlită și cementită secundară în rețea (500 : 1)

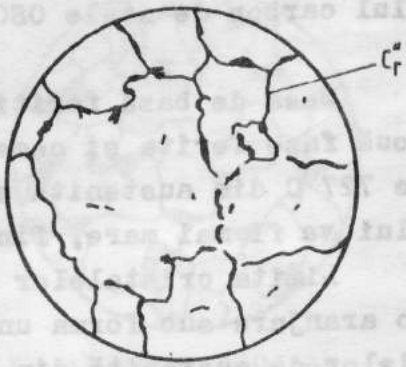


Fig. 11.9. OSC 11. Rețea de cementită secundară
Atac : Picrat de Na (500 : 1)

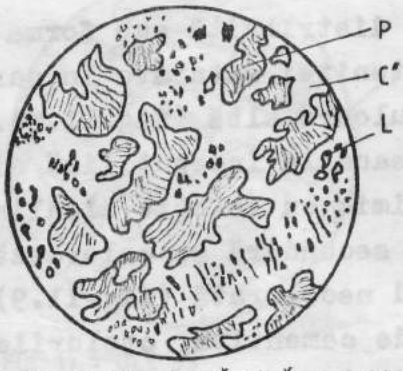


Fig. 11. 10. Fontă albă cu 3,2 % C
Perlită cementită secundară, ledeburită (300 : 1)

Fig. 11.11. Fontă albă cu 4,3 % C
Ledeburită (320 : 1)

Fig. 11.12. Fontă albă cu 5,5 % C
Ledeburită și cementită primară (300 : 1)

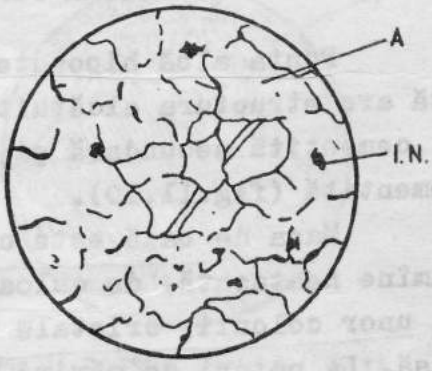


Fig. 11.13. OSC7. Austenită și incluziuni nemetalice la temperatura de 800 °C (300 : 1)

Fonta albă eutectică - corespunde unui aliaj cu 4,3 % C. Are structura la temperatura ambiantă pur ledeburitică. Ledeburita este formată dintr-un amestec perlito-cementitic, conţinînd două faze, ferita şi cementita. La microscop apare sub formă globulară sau dendritică (fig.11.11).

Fonta albă hipereutectică cu 5,5 % C. Peste 4,3 % C, conform diagramei Fe-C, structura aliajelor va cuprinde doi constituenţi structurali: cementita primară şi ledeburita. Cementita predomină în structură (fig.11.12) şi apare sub forma unor cristale mari aciculare sau dreptunghiulare, deschise la culoare, ce brăzdează adesea cîmpul vizual. Intre aceste formaţiuni cementitice, se distribuie ledeburita cu aspect fin globular sau dendritic.

12

STUDIUL STRUCTURII FONTELOR DE TURNATORIE

12.1. CONSIDERATII GENERALE

Fontele de turnătorie sînt aliaje ale fierului cu carbonul, cu conţinut de carbon peste 2,08 % C, în care transformările la solidificare şi răcire se produc, în totalitate sau cel puţin în parte, conform sistemului stabil fier-grafit (fig.12.1). Caracteristic pentru structura acestor fonte este prezenţa carbonului liber (grafit) în cantitate relativ mare astfel că în spărtură ele apar de culoare cenuşie, de unde şi denumirea de fonte cenuşii dată acestor materiale. Separarea grafitului în procesul de cristalizare a fontelor cenuşii este favorizată de un conţinut mare de carbon, viteză de răcire cît mai lentă, temperatură ridicată de turnare şi de prezenţa unor elemente cu rol grafitizant (Si, Al, Ni, Cu etc.).

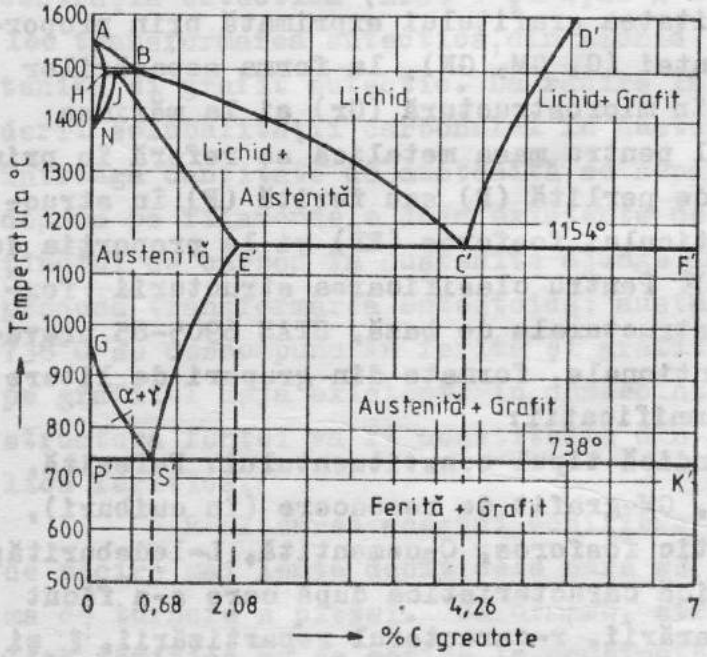


Fig.12.1. Diagrama de echilibru Fe-C. Sistemul stabil Fe-grafit

Fontele utilizate pentru turnarea pieselor se clasifică după modul de elaborare (de prima şi de a doua fuziune), după compoziţia chimică (aliate şi nealiate) şi după microstructură.

Principalul criteriu de clasificare al fontelor turnate în piese după microstructură îl reprezintă cantitatea şi forma grafitului. Se disting astfel următoarele categorii de fonte:

- fonte cenuşii cu grafit lamelar (STAS 568-82);

- fonte maleabile cu grafit în cuiburi sau carbon de recoacere (STAS 569-79);

- fonte cu grafit nodular (STAS 6071-82).

Domeniul de utilizare a acestor categorii de fonte poate fi lărgit prin alierea cu diferite elemente (Ni, Cr, Mn, V, Ti, Cu etc.), în scopul îmbunătăţirii caracteristicilor mecanice şi realizării unor proprietăţi fizico-chimice speciale. Dintre grupele de fonte aliate speciale se pot menţiona: fontă antifricţiune (STAS 6707-79), fontă rezistentă la uzare abrazivă (STAS 10066-75).

Constituenţii care pot alcătui masa metalică a fontelor de turnătorie sînt ferita, perlita, steadita (eutecticul fosforos) şi în mod accidental cementita. Proprietăţile acestor constituenţi din microstructura fontelor cenuşii diferă de cele ale aceloraşi constituenţi din microstructura oţelurilor carbon deoarece fazele din alcătuirea lor sînt durificate prin aliere cu siliciu (ferita) şi mangan (cementita).

Cercetarea metalografică a fontelor turnate în piese se face în scopul evaluării caracteristicilor structurale ale grafitului şi masei metalice, printr-un sistem de punctaj standardizat (STAS 6905-85), atribuit în mod direct pe baza măsurătorilor statistice realizate prin metalografia cantitativă, sau în mod indirect prin comparaţie cu serii de micrografii-etalon. Pentru grafit punctajul se referă la cantitatea grafitului exprimată prin proporţia sa în microstructura fontei (G, GM, GN), la forma separărilor de grafit, la repartizarea în microstructură (Gr) şi la mărimea lor (Gl, GMd, GNd). Punctajul pentru masa metalică se referă în principal la suprafaţa ocupată de perlită (P) sau ferită (F) în structură, la repartizarea eutecticului fosforos (EF) şi la proporţia de ledeburită şi cementită (LC). Pentru clasificarea structurii fontelor după aceste elemente structurale de bază, STAS 6905-85 prevede o serie de notaţii convenţionale, formate din grupuri de litere şi cifre, cu următoarele semnificaţii:

- literele mari indică tipul constituentului: F-ferită, P-perlită, G-grafit lamelar, GM-grafit de recoacere (în cuiburi), GN-grafit nodular; EF-eutectic fosforos, C-cementită, L-ledeburită;

- litera mică indică caracteristica după care s-a făcut caracterizarea; f-forma separării, r-caracterul repartizării, ℓ şi d-lungimea, respectiv diametrul separării;

-cifrele reprezintă fie natura formei, fie dimensiuni

liniare (μm) sau suprafeţele ocupate (%). Examinarea metalografică se face la o mărire de 100:1 , pe probe neatacate în cazul grafitului şi pe probe atacate (nital 4%) pentru masa metalica. Aprecierea tipului structurii masei metalice se realizează pe probe atacate (nital 4%) la o mărire de 500:1.

12.2. STRUCTURA SI PROPRIETATILE FONTELOR CENUSII CU GRAFIT LAMELAR

Elementul structural caracteristic al fontelor cenuşii este grafitul de formă lamelară, distribuit într-o masă metalică, care poate avea întreaga varietate de microstructuri întîlnite la oţelurile hipoeutectoide (ferită, ferită+perlită, perlită).

Formarea structurii fontelor cenuşii cu grafit lamelar este condiţionată în principal de compoziţia chimică (C+Si) şi de viteza de răcire. In condiţii de echilibru termic, deci la viteză de răcire foarte lentă corespunzătoare unui grad de suprarăcire sub 5-6°C, transformările care se produc la solidificarea şi răcirea fontelor cenuşii de compoziţie obişnuită, au loc după diagrama de echilibru stabil, fier-grafit (fig.12.1). Pentru o fontă hipoeutectică aceste transformări decurg astfel: la temperatura corespunzătoare liniei lichidus BC' din lichid începe cristalizarea austenitei care continuă pînă cînd lichidul ajunge la temperatura şi concentraţia eutectică (1154°C şi 4,26 % C). In aceste condiţii are loc transformarea eutectică, din lichid cristalizînd simultan austenită şi grafit eutectic. La răcire în continuare, ca urmare a scăderii solubulităţii carbonului în austenită (după linia E'S'), din întreaga cantitate de austenită se separă grafit secundar care se depune pe filamentele deja existente de grafit eutectic. Cînd conţinutul de carbon în austenită ajunge la 0,68 % (punctul S'), se produce transformarea eutectoidă: austenita S' la temperatura de 738°C se descompune în ferită şi grafit eutectoid care se depune pe grafitul deja existent. In consecinţă, la temperatura camerei structura fontei va fi constituită din grafit lamelar în masa metalică feritică.

Realizarea acestui echilibru fazic necesită însă viteze de răcire mai lente decît cele care se pot obţine la răcirea în forma de turnare a piesei. Ca urmare, structura de fontă cu masă metalică feritică nu se obţine la conţinuturi obişnuite de siliciu. Ridicarea conţinutului de siliciu poate conduce la asemenea structură, dar ferita aliată cu siliciu devine fragilă şi lipsită în general de interes practic.

In condiţii practice de răcire, prin corelarea compoziţiei chimice a fontei cu viteza sa de răcire (dependentă de grosimea piesei), în forma de turnare este posibil să se asigure asemenea condiţii încît descompunerea eutectoidă a austenitei să decurgă fie numai după sistemul metastabil $Fe-Fe_3C$ (fig.11.1), rezultînd o structură cu o masă metalică perlitică, fie după ambele sisteme, formîndu-se parţial ferită (după sistemul Fier-grafit) şi în continuare perlită din austenita nedescompusă, masa metalică rezultînd ferito-perlitică.

Fontele cenuşii cu grafit lamelar de utilizare curentă sînt de structură perlitică sau perlito-feritică şi au compoziţia chimică cuprinsă între limitele: 2,8 - 3,5 % C, 0,5 - 3,5 % Si, 0,4 - 1,0 % Mn, 0,1 - 1,0 % P, 0,02 - 0,15 % S. Notarea lor se face indicînd simbolul fontei (Fc) urmat de valoarea rezistenţei minime la tracţiune în N/mm^2. STAS 568-82 prevede şapte mărci de fontă cenuşie cu grafit lamelar pentru turnătorie: Fc 100, Fc 150, Fc 200, Fc 250, Fc 300, Fc 350 şi Fc 400, ultimele două mărci fabricîndu-se numai cu acordul producătorului.

Intrucît proprietăţile oricărui aliaj sînt dependente de natura structurii sale, în acord cu indicaţiile STAS 6905-85, controlul metalografic al calităţii fontelor cenuşii cu grafit lamelar, ca de altfel şi al fontelor maleabile şi nodulare, se referă atît la constituţia masei metalice cît şi la structura separărilor de grafit.

Micrografiile prezentate în figurile 12.2 - 12.5 permit să se facă următoarele aprecieri calitative şi cantitative asupra caracteristicilor structurale ale grafitului lamelar:

Fc 150 (fig.12.2). Grafit lamelar grosolan de formă liniară (Gfl), în separări izolate, de grosime diferită şi repartizare uniformă (Gr3), cu lungimea lamelelor între 250-500 μm (Gl 7) şi cu suprafaţa ocupată de grafit peste 15 % (Gl 5) exprimat:

Gfl - Gr3 - Gl7 - Gl5

Fe 250 (fig.12.3). Grafit lamelar fin de formă liniară (Gfl), în separări izolate, de grosime şi repartizare uniformă (Grl), cu lungimea lamelelor între 40-70 μm (Gl4) şi cu suprafaţa ocupată de grafit între 10-15 % (Gl2) exprimat:

Gfl - Grl - Gl4 - G 12

Fc 200 (fig.12.4) Grafit lamelar relativ grosolan, de grosime diferită şi repartizat în formaţiuni aglomerate cu aspect

Fig. 12.2. Fc 150 STAS 568-82. Grafit lamelar grosolan (Gl7) Probă neatacată. 100:1

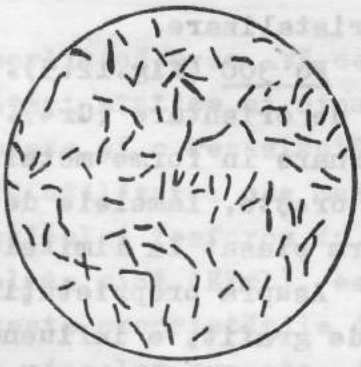


Fig. 12.3. Fc 200 STAS 568-82. Grafit lamelar fin (Gl 4). Probă neatacată. 100:1

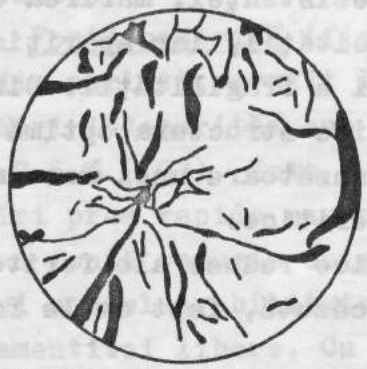


Fig. 12.4. Fc 200 STAS 568-82 Grafit în rozetă (Gr 2). Probă neatacată. 100:1

Fig. 12.5. Fc 300 STAS 568-82 Grafit interdendritic (Gr 4). Probă neatacată. 100:1

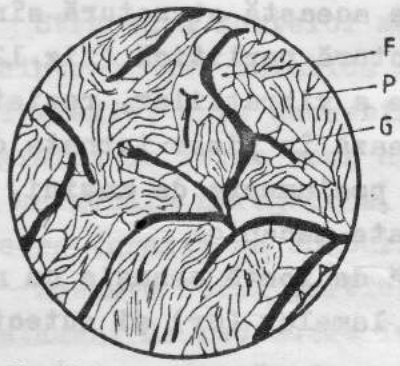


Fig. 12.6. Fc 150 STAS 568-82 Fontă cenușie perlito-feritică (F20/P80). Atac nital. 300:1

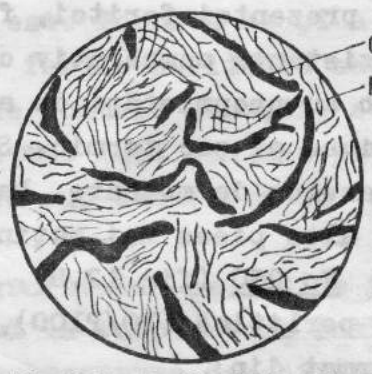


Fig. 12.7. Fc 250 STAS 568-82 Fontă cenușie perlitică (F0/P100) Atac nital. 300:1

de rozetă (Gr2). Orientarea lamelor este radială, spre fostele centre de cristalizare.

Fc 300 (fig.12.5). Grafit interdendritic punctiform cu grad mic de orientare (Gr4). Rezultă în urma unor suprarăciri mai mari (turnare în forme metalice), cînd numărul germenilor de cristalizare creşte, lamelele de grafit prezentînd un aspect eutectic punctiform plasat la limitele fostelor dendrite de austenită.

Asupra proprietăţilor fontei cenuşii cu grafit lamelar, alături de grafit, o influenţă hotărîtoare o are şi constituţia masei metalice. Cu toate că proprietăţile fontelor cu grafit nu pot fi descrise direct din proprietăţile constituenţilor masei metalice, pentru că aceasta este întreruptă de grafitul de diverse forme, dimensiuni şi repartiţie, se poate aprecia totuşi că mărimea cantităţii de perlită conduce la creşterea rezistenţei, mărirea cantităţii de ferită conduce la creşterea tenacităţii, iar apariţia steaditei produce creşterea durităţii dar şi a fragilităţii. Din aceste considerente, pentru aplicaţii practice structura optimă a fontelor cu grafit lamelar este cea corespunzătoare unei mase metalice perlitice sau în orice caz perlito-feritice.

Datorită proprietăţilor mecanice reduse ale feritei, fontele cenuşii feritice au o rezistenţă scăzută, fapt ce le face inutilizabile.

Fc 150 (fig.12.6). Structură de fontă cenuşie cu masa metalică perlito-feritică şi incluziuni de grafit lamelar (Gr 1). Se observă zonele de ferită în jurul lamelelor de grafit. Suprafaţa ocupată de perlită este de peste 70 %, restul de ferită (F20/P80). Datorită prezenţei feritei, fontele de această structură sînt mai puţin rezistente comparativ cu o structură perlitică (fig.12.7), în schimb au proprietăţi de amortizare a vibraţiilor, rezistenţă la coroziune şi şoc termic. Se utilizează în piese turnate de tipul carcaselor de motoare, batiuri şi postamente de maşini, lingotiere şi alte piese mai puţin solicitate mecanic.

Fc 250 (fig.12.8). Structură de fontă cenuşie cu masa metalică perlitică (F0/P100), grafit lamelar (Gr) şi eutectic fosforos format din:

$$Fe\,\alpha(C,P) - Fe_3C - F_3P$$

Eutecticul fosforos este repartizat sub formă de separări izolate mari (EFr2) şi reţea discontinuă groasă (EFr4); ca aspect apare sub formă ramificată cu globule şi lamele scurte din

ferită pe un fond de nuanţă deschisă constituit din compuşii Fe_3C şi Fe_3P, asemănător ledeburitei.

Fontele cenuşii cu structură perlitică prezintă cele mai bune proprietăţi de rezistenţă la solicitări statice şi dinamice, o foarte bună prelucrabilitate prin aşchiere şi o rezistenţă mare la uzare şi coroziune, fapt ce le conferă utilizarea cea mai largă în construcţia de maşini. Prezenţa eutecticului fosforos în cantităţi mai mari, sub formă de separări izolate mici (EFrl), este favorabilă rezistenţei la uzare, îmbunătăţeşte proprietăţile de turnare ale fontei dar măreşte fragilitatea pieselor turnate. Această categorie de fonte, numite şi fonte cenuşii fosforoase, se utilizează la turnarea unor piese de formă complicată şi pereţi subţiri (elemente de focare, radiatoare) sau pentru piese rezistente la uzare mecanică.

Fontă pestriţă (fig.12.9). Structura acestei fonte este formată din perlită, grafit lamelar şi separări de cementită secundară (uneori ledeburită) sub formă de insule cu o suprafaţă ocupată între 2-5 % (LC3). Este o structură de defect, apărînd în cazul unor răciri prea rapide sau conţinuturi scăzute de carbon şi siliciu într-o fontă cenuşie obişnuită. Prezintă proprietăţi mecanice scăzute şi o prelucrabilitate prin aşchiere necorespunzătoare datorită cementitei libere. Cu excepţia unor cazuri accidentale, structura de fontă pestriţă nu apare decît în zona de tranziţie dintre miez şi stratul superficial al fontei cu crustă dură.

12.3. STRUCTURA SI PROPRIETATILE FONTELOR MALEABILE

Structura fontelor maleabile este formată ca şi a celor cenuşii dintr-o masă metalică feritică, ferito-perlitică sau perlitică şi grafit; spre deosebire însă de fontele cenuşii, separările de grafit au forma unor aglomerate mai mult sau mai puţin compacte cu marginile neregulate, cunoscute sub denumirea de carbon de recoacere (grafit în cuiburi).

Această formă particulară a grafitului se obţine printr-un tratament de recoacere îndelungată la temperaturi înalte (maleabilizare) în urma căruia are loc descompunerea cementitei (grafitizarea) din fontele albe hipoeutectoide turnate în piese a căror compoziţie variază în limite înguste: 2,2 - 2,8 % C; 0,6 - 1,4 % Si, ~0,4 % Mn, ~ 0,1 % S, ~ 0,2 % P.

In figura 12.10 se arată structura grafitului în cuiburi dintr-o fontă maleabilă turnată în piese a cărui caracteristici structurale sînt:

Gf4 - GMd5 - GM10

adică: grafit de recoacere (Gf4), cu diametrul separărilor de grafit peste 100 μm (GMd5) şi suprafaţa ocupată între 8-12 % (GM 10).

Forma aproape sferică a cuiburilor de grafit, deşi imperfectă, produce un efect minim de crestare a masei metalice a fontei, asigurîndu-i proprietăţi mecanice (tenacitate) comparabile cu cele ale fontelor nodulare, dar mult superioare fontelor cenuşii cu grafit lamelar.

In funcţie de procedeul de maleabilizare se disting două tipuri de fonte:

- fontă maleabilă neagră (cu miez negru), cea mai utilizată, maleabilizată în mediu neutru (nisip sau şamotă), de structură feritică cu grafit în cuiburi;
- fontă maleabilă albă (cu miez alb), obţinută prin maleabilizare în mediu oxidant (oxizi de fier), de structură perlitică sau ferito-perlitică cu grafit în cuiburi.

Notarea fontelor maleabile (STAS 569-79) se face indicînd simbolul grupei de fontă: Fmn (neagră), Fma (albă) şi Fmp (perlitică), urmat de valoarea minimă a rezistenţei la tracţiune în N/mm^2.

Microstructurile acestor fonte se prezintă în continuare.

Fmn 320 (fig.12.11). Fontă maleabilă neagră (F90/P10) cu masa metalică preponderent feritică (peste 90 %), în care este dispus grafitul în cuiburi. In spărtură apare de culoare neagră sau neagră cu margine albă, aspect determinat de cantitatea mare de grafit.

Prezenţa în cantitate mare a feritei în microstructura fontelor maleabile negre le conferă proprietăţi plastice foarte bune şi proprietăţi mai scăzute de rezistenţă şi duritate, ceea ce face să fie utilizate în special în industria maşinilor agricole, textile şi de transport pentru piese mici şi cu forme complicate.

Fma 350 (fig.12.12). Fontă maleabilă albă de structură ferito-perlitică (F60/P40), cu ferita dispusă în jurul cuiburilor de grafit. Prezenţa perlitei în microstructură şi numărul mai redus de cuiburi de grafit dau aspectului în spărtură o nuanţă deschisă (gri-argintie), de unde şi denumirea de fontă maleabilă albă. Rezistenţa şi duritatea fontelor maleabile albe sînt superioare celor cu miez negru, au însă o plasticitate mai scăzută. Domeniul lor de utilizare este restrîns la producerea pieselor foarte mici şi foarte subţiri, fabricîndu-se numai cu acordul producătorului.

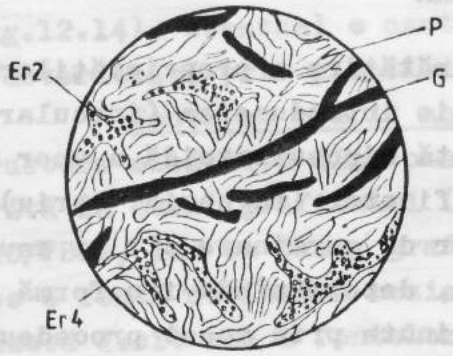


Fig. 12.8. Fc 250 STAS 568-82
Fontă cenușie perlitică cu eutectic fosforos (EFr2 și EFr4). Atac nital. 300 : 1

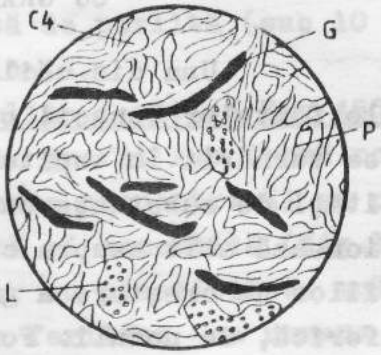


Fig. 12.9.
Fontă cenușie perlitică cu separări de cementită (LC3) și ledeburită. Atac nital. 300:1

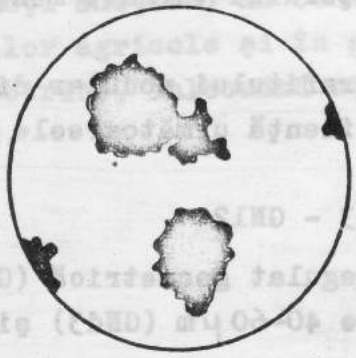


Fig. 12.10. Fontă maleabilă. Grafit în cuiburi (GMd 5). Probă neatacată. 100 : 1

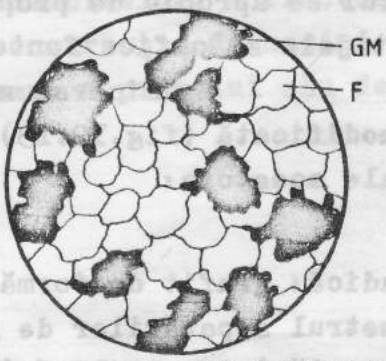


Fig. 12.11. Fmn 320. STAS 569-79.
Fontă maleabilă cu miez negru. (F 90/P10). Atac nital. 300 : 1

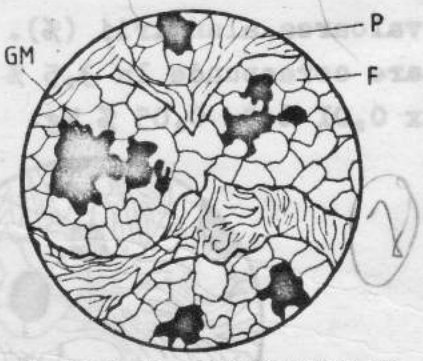


Fig. 12.12. Fma 350 STAS 569-79.
Fontă maleabilă cu miez alb (F 60 / P40). Atac nital. 300 : 1

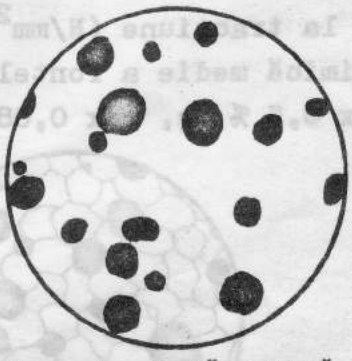


Fig. 12.13. Fontă nodulară. Grafit nodular (GNd 3). Probă neatacată. 100 : 1

12.4. STRUCTURA SI PROPRIETATILE FONTELOR CU GRAFIT NODULAR

Una din căile de îmbunătăţire a proprietăţilor mecanice ale fontelor cenuşii o constituie introducerea (inocularea) înaintea turnării în topitura de fontă hipoeutectoidă a unor mici cantităţi de substanţe cu rol modificator (magneziu, ceriu), care acţionează atît asupra condiţiilor de germinare cît şi asupra condiţiilor de creştere a grafitului, determinîndu-i o formă aproape sferică, de noduli. Fontele obţinute prin acest procedeu se numesc fonte cu grafit nodular sau simplu fonte nodulare.

Forma sferică şi compactă a grafitului din fontele nodulare asigură efecte minime de discontinuitate şi crestătură a masei metalice a fontei; ca urmare, proprietăţile mecanice ale materialului se apropie de proprietăţile oţelului turnat, menţinîndu-se avantajele specifice fontelor.

Examinarea structurii grafitului nodular dintr-o fontă modificată (fig.12.13) pune în evidenţă următoareele caracteristici ale acestora:

Gf5 - GNd3 - GN12

adică: grafit de formă nodulară regulat geometrică (Gf5), cu diametrul separărilor de grafit între 40-60 μm (GNd3) şi suprafaţa ocupată între 10-15 % (GN12).

Fontele cu grafit nodular se împart după natura masei metalice de bază în: fonte feritice, perlito-feritice şi perlitice. In acord cu indicaţiile STAS 6071-75, notarea lor se face precizînd simbolul fontei nodulare (Fgn), urmat de valoarea rezistenţei minime la tracţiune (N/mm^2) şi de valoarea alungirii (%). Compoziţia chimică medie a fontelor nodulare corespunde la 3,5 % C, 2,5 % Si, max 0,5 % Mn, max 0,08 % P, max 0,01 % S, 0,05 % Mg.

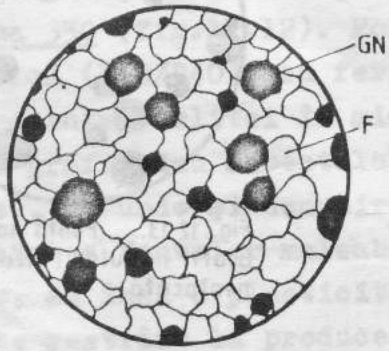


Fig. 12.14. Fgn 370 - 17 STAS 6071-82. Fontă cu grafit nodular feritică. (F 20/P 80). 300 : 1

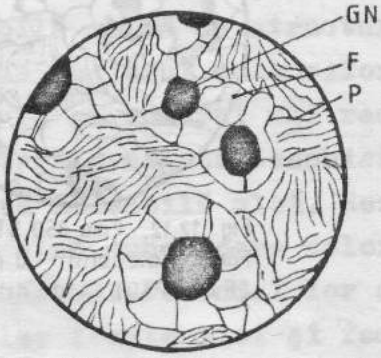


Fig. 12.15. Fgn 450-5 STAS 6071-82 Fontă cu grafit nodular perlito-feritică (F 20/P 80). Atac nital. 300 : 1

Fonta cu grafit nodular feritică Fgn 350-17, are structura formată din ferită (F90/P10) şi separări de grafit nodular (fig.12.14), eventual o cantitate mică de perlită (sub 10 %). Se caracterizează prin plasticitate ridicată.

Fonta cu grafit nodular perlito-feritică Fgn 450-5, are structura alcătuită din constituenţii: grafit sub formă nodulară, ferită în jurul grafitului (cristalizare concentrică) şi perlită (F20/P80), iar ca faze: grafit, ferită şi cementită (fig.12.15). Este o fontă de înaltă rezistenţă, dar cu plasticitate mult mai scăzută decît cea a fontelor nodulare feritice ca urmare a prezenţei perlitei în microstructură.

Datorită proprietăţilor sale superioare de rezistenţă şi plasticitate, fonta nodulară este utilizată pe scară tot mai largă pentru turnarea unei mari varietăţi de piese (mai ales piese mici cu pereţi subţiri) în construcţia automobilelor, a tractoarelor, a maşinilor agricole şi în general în construcţia de maşini mecanice şi electrice, înlocuind oţelul ca urmare a preţului său de cost mai scăzut.

13

STUDIUL STRUCTURII ALIAJELOR DEFORMATE PLASTIC

13.1. CONSIDERATII GENERALE

Deformarea plastică a materialelor metalice reprezintă una din numeroasele metode care permit fabricarea produselor de formă şi mărimi diferite. Metoda constă în schimbarea dimensiunilor semifabricatului supus acţiunii unor forţe exterioare, schimbare ce rămîne şi după îndepărtarea cauzelor care au produs-o (deformare permanentă). Practica industrială foloseşte diferite procedee de deformare plastică, ca: forjarea, laminarea, extrudarea, tragerea, ambutisarea etc. (fig.13.1).

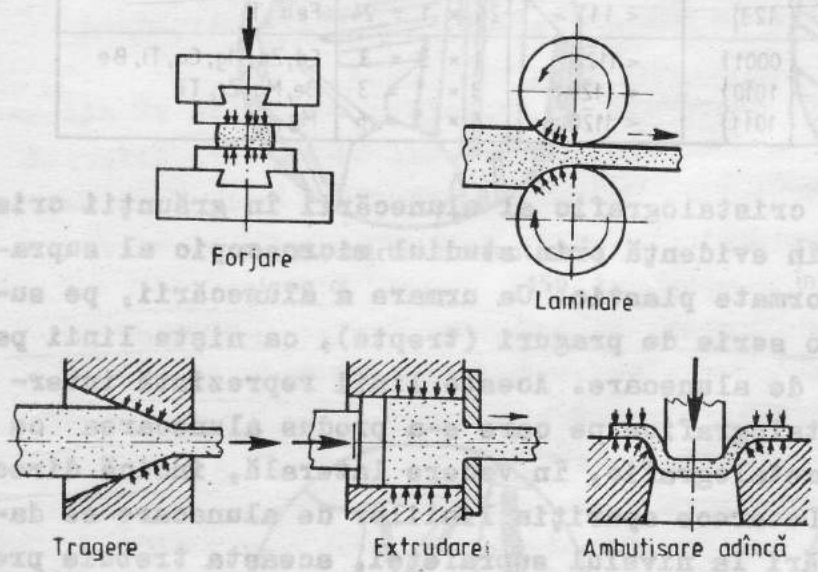


Fig.13.1. Procedee de prelucrare prin deformare plastică

Un scop important al proceselor bazate pe deformarea plastică este de a îmbunătăţi proprietăţile materialului prin modificarea distribuţiei constituenţilor structurali, fărîmiţarea grăunţilor cristalini şi introducerea ecruisării. Toate aceste transformări de natură mecanică, fizică şi structurală care însoţesc deformarea plastică sînt dependente de tipul reţelei cristaline, de mecanismele prin care se produce deformarea şi condiţiile de deformare.

13.2. STUDIUL CARACTERULUI CRISTALOGRAFIC AL DEFORMARII PLASTICE

Cel mai important mecanism prin care are loc deformarea plastică a metalelor şi aliajelor este alunecarea. Ea constă în deplasarea reciprocă de pachete de atomi de-a lungul unor plane cristalografice specifice (plane de alunecare) şi în direcţii cristalografice definite (direcţii de alunecare). Ansamblul plane-direcţii de alunecare formează sistemele de alunecare, care sînt caracteristice pentru fiecare sistem cristalin (tab.13.1).

Tabelul 13.1

Sistemele de alunecare ale metalelor

Structura cristalină	Plane de alunecare	Direcţii de alunecare	Nr. sistemelor de alunecare	Metale
CFC	{111}	< 110 >	4 × 3 = 12	Cu, Al, Ni, Pb, Au, Ag, Feγ
CVC	{110}	< 111 >	6 × 2 = 12	Feα, W, Mo, Nb, Ta
CVC	{112}	< 111 >	12 × 1 = 12	Feα, W, Mo, Na
CVC	{123}	< 111 >	24 × 1 = 24	Feα, K
HC	(0001)	< 11$\bar{2}$0 >	1 × 3 = 3	Cd, Zn, Mg, Co, Ti, Be
HC	{10$\bar{1}$0}	< 11$\bar{2}$0 >	3 × 1 = 3	Be, Mg, Zr, Ti
HC	{10$\bar{1}$1}	< 11$\bar{2}$0 >	6 × 1 = 6	Mg, Ti

Caracterul cristalografic al alunecării în grăunţii cristalini poate fi pus în evidenţă prin studiul microscopic al suprafeţei unei probe deformate plastic. Ca urmare a alunecării, pe suprafaţa probei apar o serie de praguri (trepte), ca nişte linii paralele, numite linii de alunecare. Aceste linii reprezintă intersecţia planelor cristalografice pe care s-a produs alunecarea cu suprafaţa probei şi metalografic, în vedere laterală, indică direcţiile de alunecare. Deoarece apariţia liniilor de alunecare se datorează unor modificări la nivelul suprafeţei, aceasta trebuie pregătită în mod corespunzător înaintea deformării, prin şlefuire şi lustruire, pentru observarea microscopică a liniilor de alunecare.

Aspectul microscopic al liniilor de alunecare pentru cupru policristalin deformat este ilustrat în fig.13.2. Se constată că, în timp ce în unii grăunţi toate liniile de alunecare se grupează într-un singur fascicol de drepte paralele, adică alunecarea s-a produs pe acelaşi set de plane cristalografice, de exemplu (111), în alţi grăunţi liniile de alunecare se grupează în două sau mai multe fascicole de paralele orientate diferit, marcînd că alunecarea a avut loc în cuprinsul unui grăunte dat pe mai multe

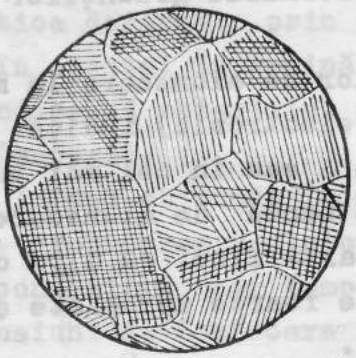


Fig. 13.2. Linii de alunecare în cupru 100:1

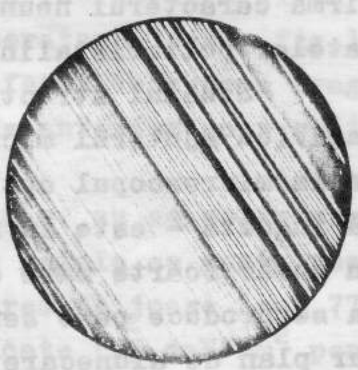


Fig. 13.3. Benzi de alunecare într-un monocristal de alamă α 7000 : 1

Fig.13.4. Macle de recoacere în alama α 150 : 1

Fig. 13.5. Macle de deformare într-un monocristal de magneziu 500 : 1

Fig.13.6. Macle de deformare în zinc. Aspect lenticular. 100:1

Fig.13.7. Macle de deformare în fier (Benzi Neumann). 200:1

plane cristalografice din familia (111) diferit orientate. Acestea confirmă caracterul neuniform al deformării grăunţilor în cazul agregatelor policristaline.

Studiul structurii liniilor de alunecare la măriri foarte mari (cu ajutorul microscopului electronic) indică că ceea ce apare la microscopul optic ca linie - sau în cel mai bun caz ca o bandă îngustă - este în realitate o bandă de alunecare formată dintr-un număr foarte mare de linii foarte fine; cu alte cuvinte alunecarea se produce pe o serie de plane foarte apropiate şi nu pe un singur plan de alunecare (fig.13.3).

Deformarea plastică a metalelor se poate realiza şi prin maclare, mecanism care constă în deplasări de pachete de atomi în aşa fel încît în interiorul unui monocristal (sau grăunte cristalin) să se formeze două sau mai multe părţi cu reţele simetrice una în raport cu alta. Porţiunea de cristal deformată se numeşte maclă.

Ca şi în cazul deformării prin alunecare, maclarea se produce pe o direcţie definită (direcţie de maclare), într-un anumit plan cristalografic (plan de maclare), pentru fircare structură cristalină.

Maclele pot fi observate pe suprafaţa lustruită şi atacată a unei probe deformate sub forma unor benzi de culoare diferită în raport cu restul grăuntelui. Culoarea diferită a maclei se datorează orientării sale puternic diferite de cea a restului cristalului.

După modul de formare, maclele pot fi: de deformare (mecanice) şi de recoacere (recristalizare). Maclele de recoacere se formează în metalele şi aliajele c.f.c., cum sînt Cu,Al,Ni, alamă α, bronz α etc., deformate plastic la rece şi recoapte (fig.13.4). Prezenţa lor într-o microstructură este o indicaţie sigură că metalul a fost deformat mecanic înainte de recoacere.

Maclele mecanice se formează în procesul de deformare plastică la rece în metalele cu limită de curgere ridicată, la care procesele de alunecare se produc mai greu. Din acest motiv, la temperatura ambiantă maclele de deformare se formează obişnuit numai în metalele h.c. Aspectul microscopic al maclelor de deformare obţinute într-un cristal de magneziu se prezintă în fig.13.5. Maclele sînt traversate de benzi de alunecare după planele (001). In fig.13.6 se pot vedea macle lenticulare de dimensiuni mari produse într-o epruvetă de zinc.

Maclele mecanice se pot produce şi în metalele c.v.c. prin deformare la temperaturi foarte scăzute şi la viteze mari

de aplicare a sarcinii (prin şoc). Un exemplu tipic de astfel de macle sînt benzile Neumann, care se obţin în fierul α şi în oţelurile feritice deformate prin şoc la temperatură joasă (fig.13.7). Ele apar în special în vecinătatea suprafeţei de rupere fragilă şi sînt un indice că materialul a fost supus anterior unor solicitări dinamice (şocuri).

In mod obişnuit în metalele c.f.c. nu se obţin macle de deformare. Producerea maclelor în aceste metale se poate realiza numai în condiţiile unor temperaturi extrem de joase (sub 77 K) şi a unor tensiuni de forfecare foarte ridicate (15 daN/mm^2 pentru cupru, 30 daN/mm^2 pentru nichel), care sînt mult mai mari decît cele necesare metalelor c.v.c.

Rolul maclării în deformarea plastică macroscopică nu constă atît în mărimea deformaţiei pe care o produce (de ordinul procentelor), cît în schimbarea orientării unor porţiuni de grăunţi, ceea ce face ca noi sisteme de alunecare să ajungă în poziţii favorabile în raport cu direcţia principală de deformare.

13.3. MODIFICAREA STRUCTURII SI PROPRIETATILOR ALIAJELOR PRIN DEFORMARE PLASTICA LA RECE

Comportarea unui material metalic la deformare plastică, ca şi efectul acesteia asupra proprietăţilor şi structurii materialului, depind de raportul în care se găseşte temperatura la care s-a realizat deformarea faţă de temperatura de recristalizare (T_R). Deformarea plastică care are loc la temperaturi sub T_R se numeşte deformare la rece, iar deformarea plastică efectuată la temperaturi superioare temperaturii T_R, deformare la cald.

Deformarea plastică la rece provoacă importante modificări structurale privind forma, dimensiunile, orientarea spaţială şi structura fină a fiecărui grăunte.

Schimbarea formei şi dimensiunilor grăunţilor prin deformare la rece a unui aliaj iniţial recopt, depind pe de o parte de natura şi mărimea deformaţiei, iar pe de altă parte de plasticitatea constituenţilor structurali. Astfel, grăunţii constituenţilor plastici, de exemplu ferita din oţeluri, se alungesc în direcţia de întindere (direcţia de tragere sau de laminare), se lăţesc şi turtesc în direcţie transversală în cazul laminării. In acelaşi timp are loc ruperea şi fragmentarea fazelor fragile (cementita din oţeluri) şi orientarea lor în şiruri paralele cu direcţia de prelucrare. Alungirea grăunţilor şi orientarea fazelor fragile este cu atît mai pronunţată cu cît gradul de deformare este

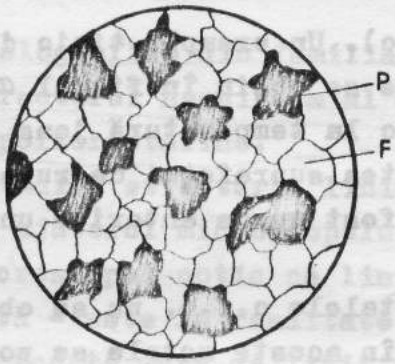


Fig.13.8 a. OLC 35 STAS 880 - 88, recopt. Ferită și perlită. Atac nital. 300 : 1

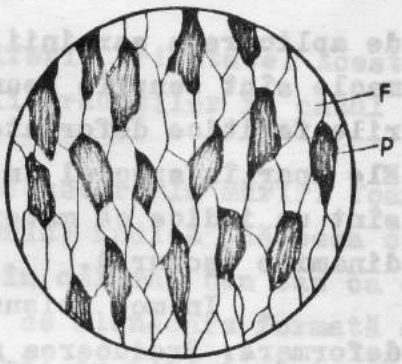


Fig.13.8 b. OLC 35 STAS 880 - 88. Structură deformată la tracțiune. Secțiune longitudinală. Atac nital. 300 : 1

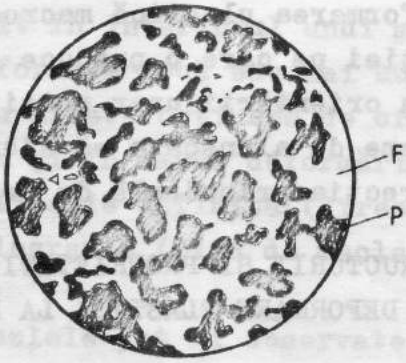


Fig.13.8 c. OLC 35 STAS 880 - 88. Structură deformată la tracțiune. Secțiune transversală. Atac nital. 300 : 1

Fig. 13.9. OLC 35 STAS 880 - 88. Sîrmă trefilată și patentată. Structură fibroasă. Atac nital. 300 : 1

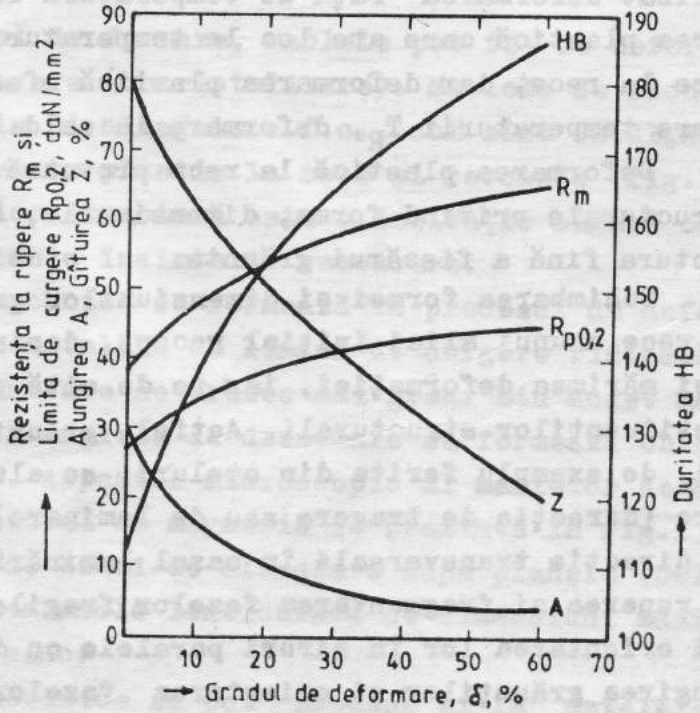


Fig.13.10. Influența deformării plastice la rece asupra proprietăților mecanice ale unui oțel cu 0,1%C

mai mare, structura devenind fibroasă (fibraj mecanic). Pentru a ilustra metalografic aceste aspecte, în fig.13.8 şi 13.9 sînt prezentate microstructurile unor oţeluri deformate plastic la rece în diferite condiţii.

In fig.13.8 sînt arătate modificările de structură obţinute în zona de gîtuire maximă a unei epruvete dintr-un oţel cu 0,35 % C (OLC 35), ruptă la tracţiune. Structura oţelului în stare recoaptă este dată în figura 13.8,a. Structura de deformare a aceluiaşi oţel, în secţiune longitudinală (fig.13.8,b), evidenţiază modul diferit în care s-au deformat cei doi constituenţi structurali, ferita şi perlita. Grăunţii de ferită, mai tenace, s-au alungit mai puternic; grăunţii de perlită mai puţin tenace datorită fazei fragile de cementită, s-au deformat în mai mică măsură. Aceste modificări de structură apar numai în secţiunile paralele cu axa epruvetelor (axa de tragere); în secţiunile perpendiculare pe aceasta, grăunţii îşi păstrează forma iniţială, echiaxială, dar sînt de mărime mai mică (fig.13.8,c), pentru a compensa modificările de volum determinate de alungirea lor.

Un exemplu tipic de fibraj mecanic îl reprezintă structura unei sîrme de oţel OLC 35 după trefilare şi patentare (fig.13.9). Aspectul fibros al structurii se datorează alungirii puternice a grăunţilor de ferită, fragmentării şi orientării lamelelor fragile de cementită din perlită în direcţia de tragere.

Schimbările de structură produse prin deformare plastică la rece determină modificări importante ale proprietăţilor mecanice şi fizice. Astfel, rezistenţa la rupere, limita de curgere şi duritatea cresc odată cu creşterea gradului de deformare, iar proprietăţile de plasticitate - ca alungirea şi gîtuirea - scad (fig. 13.10). Materialul devine mai dur, mai rezistent, mai puţin plastic, cu alte cuvinte se ecruisează. Se modifică de asemenea o serie de proprietăţi fizice sensibile la structură. De exemplu, rezistivitatea electrică şi cîmpul coercitiv cresc cu gradul de deformare, în timp ce permeabilitatea magnetică maximă scade.

13.4. MODIFICAREA STRUCTURII SI PROPRIETATILOR ALIAJELOR PRIN DEFORMARE PLASTICA LA CALD

Ca şi în cazul deformării plastice la rece, materialele metalice deformate la cald se ecruisează, însă datorită vitezei mari de difuzie ecruisarea este înlăturată prin recristalizare, materialul rămînînd în stare plastică. De asemenea, în acest

proces alături de reducerea neomogenităţilor chimice şi structurale, de compactizarea materialului prin sudarea golurilor provenite din turnare (sufluri, microretasuri), au loc şi importante modificări structurale.

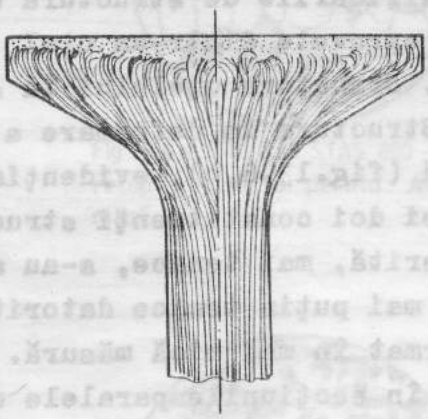


Fig.13.11. Structură fibroasă de deformare plastică la cald

Trăsătura distinctivă a modificărilor structurale care însoţesc deformarea plastică la cald o constituie aspectul echiaxial al grăunţilor, specific recristalizării şi formarea structurii fibroase.

Structura fibroasă de deformare la cald diferă esenţial de cea formată prin deformare la rece, fiind condiţionată de prezenţa segregaţiilor. Prin deformare la cald, incluziunile plastice se alungesc în direcţia de deformare, iar cele fragile se sfărîmă, distribuindu-se şi ele în şiruri paralele cu direcţia de curgere principală (şiruri care despart zone de grăunţi recristalizaţi). Astfel, structura materialului capătă un aspect fibros - fibre metalice separate de şiruri de incluziuni. In fig. 13.11. se prezintă aspectul macroscopic al structurii fibroase în cazul unei supape din oţel forjată la cald prin întindere şi refulare. In mod obişnuit, pentru evidenţierea fibrajului la cald se foloseşte metoda atacului de macrostructură cu reactivul Oberhoffer (tab. 4.1).

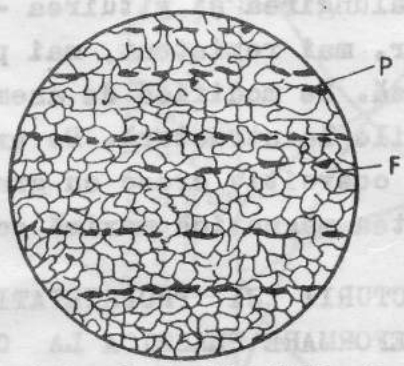


Fig. 13.12. OL 37 STAS 500/2 - 80. Tablă laminată la cald. Structură ferito-perlitică orientată (în şiruri). Atac nital. 300:1

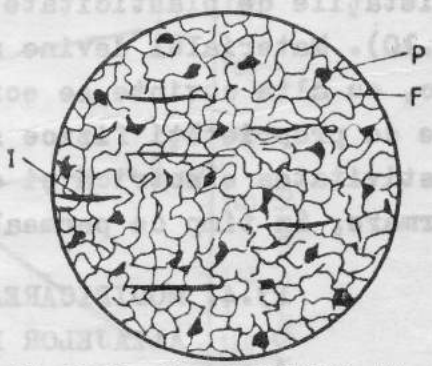


Fig. 13.13. OL 37 STAS 500/2 - 80. Tablă laminată la cald. Structură ferito-perlitică cu incluziuni plastice alungite. Atac nital. 300:1

Formarea structurii fibroase la deformarea la cald influenţează transformările care se produc la răcirea oţelului, respectiv aspectul structurii secundare, conducînd la apariţia structurii în şiruri (benzi). Un exemplu tipic în acest sens îl constituie structura în benzi a oţelurilor hipoeutectoide laminate la cald (fig.13.12). Cauza acestui mod particular de recristalizare a feritei şi perlitei o constituie alungirea în direcţia deformării a segregaţiilor de fosfor din austenită care diminuează solubilitatea carbonului în aceste regiuni şi favorizează germinarea benzilor de ferită proeutectoidă din structura secundară a oţelului, formată la răcirea după deformare.

Ca şi în cazul fosforului, incluziunile de sulfuri, relativ plastice la cald, se alungesc în procesul de deformare şi se distribuie în şiruri (fig.13.13), contribuind împreună cu segregaţiile de fosfor la formarea structurii fibroase în oţeluri.

14

DEFECTE LA INCALZIREA PENTRU TRATAMENTE TERMICE SI PRELUCRARE LA CALD

In procesul de încălzire a pieselor, cu scopul efectuării unui tratament termic sau a unei prelucrări la cald (forjare, laminare, matriţare,...), temperatura de încălzire, timpul de menţinere şi compoziţia atmosferei din cuptor, sînt factori esenţiali ce influenţează aspectul structural al materialului. Nerespectarea mărimii acestor factori duce la apariţia unor defecte ca: supraîncălzire, decarburare, oxidare, ardere şi fisurarea materialului.

14.1. SUPRAINCALZIREA

Incălzirea oţelurilor cu mult peste punctul critic Ac_3 sau Ac_{cem}, sau menţinerea prea îndelungată la temperatură prescrisă duce la o creştere exagerată a grăunţilor de austenită. După răcire rezultă o structură cu grăunţi mari, grosolani.

Structura supraîncălzită a unui oţel hipoeutectoid (OLC 45, respectiv OLC 60) este prezentată în fig.14.1 şi 14.2. Mărimea excesivă a grăunţilor, ca urmare a coalescenţei fazelor de aceeaşi natură, imprimă oţelului proprietăţi mecanice şi tehnologice scăzute. De obicei această structură e însoţită de aşa numita structură Widmannstätten, care apare datorită fenomenului supraîncălzirii şi precipitării fazei proeutectoide la răcire lentă. La oţelurile hipoeutectoide se produce separarea feritei în interiorul grăunţilor de perlită, cu aspect de ace sau plăci, formînd între ele unghiuri de 60° şi 120°. In mod similar, în oţelurile hipereutectoide (fig.14.3) se produce separarea de cementită secundară, tot cu aspect acicular, în interiorul grăunţilor de perlită.

Efectul supraîncălzirii asupra structurii se poate înlătura printr-o recoacere de normalizare.

14.2. DECARBURAREA

Incălzirea pieselor în cuptoare cu atmosferă decarburantă sau oxidantă (în prezenţa vaporilor de apă, a hidrogenului sau

a gazelor oxidante) are drept efect reducerea conţinutului de carbon în stratul superficial al materialului. Cementita se descompune în elementele componente, din care carbonul reacţionează cu oxigenul sau hidrogenul, părăsind suprafaţa piesei sub formă de CO, CO_2 sau CH_4.

La o piesă decarburată din OLC 45 (fig.14.4) analizînd la microscop structura de la exterior spre miez, se disting trei zone:

1. zona total decarburată - corespunzătoare exteriorului piesei cu structură feritică

2. zona parţial decarburată - structură feritică în care îşi fac apariţia şi grăunţii de perlită.

3. zona neafectată, cu structură perlito-feritică, corespunzătoare materialului iniţial.

Stratul decarburat este moale şi după călire, din el propagîndu-se fisuri, datorită scăderii rezistenţei la oboseală.

Decarburarea poate fi evitată prin încălzirea pieselor în cuptoare cu atmosferă controlată, activă sau neutră.

14.3. OXIDAREA

Oxidarea începe de la suprafaţa piesei şi este urmarea reacţiei dintre oxigenul din atmosfera cuptorului şi metal. Practic acest defect este iremediabil. In cazul unei oxidări pronunţate se formează un strat de oxizi de tipul Fe_2O_3 şi Fe_3O_4, iar la temperaturi mai ridicate peste 570°C şi FeO. Stratul de oxizi se desprinde şi oxidarea continuă intracristalin, prin difuzia fierului prin FeO înspre exterior.

Metalografic se prezintă sub forma unor aglomerări de puncte, linii sau lanţuri de culoare neagră, unele urmărind conturul grăunţilor. Se pot observa pe probe lustruite şi neatacate (fig.14.6, 14.7).

14.4. CRĂPĂTURI

Cînd tensiunile interne apărute ca urmare a încălzirii cu scopul efectuării unui tratament termic sau a unei deformări la cald depăşesc rezistenţa de rupere a oţelului, se formează crăpături. Crăpăturile de călire se deosebesc de cele de la prelucrarea la cald, prin forma lor discontinuă cu frînturi propagate intracristalin.

Fig. 14.1. OLC 45. Supraîncălzit (320 : 1)

Fig. 14.2. OLC 60 Supraîncălzit (320 : 1)

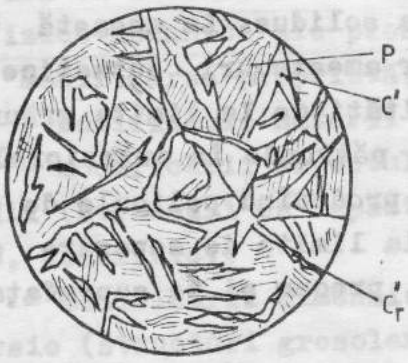


Fig. 14.3. OSC 11 Supraîncălzit Structură Widmannstätten (320 : 1)

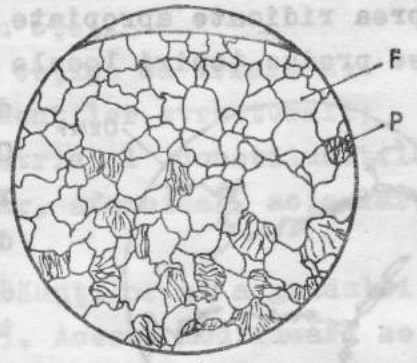


Fig. 14.4. OLC 45 Decarburat (320 : 1)

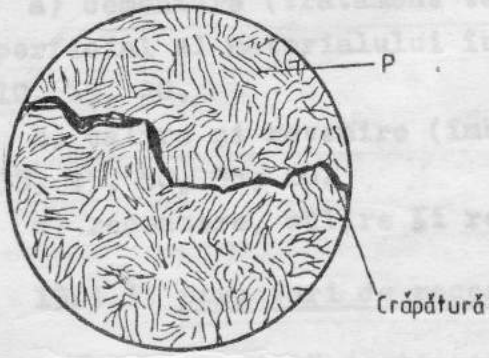


Fig. 14.5. OSC 8 Crăpătură de călire (320 : 1)

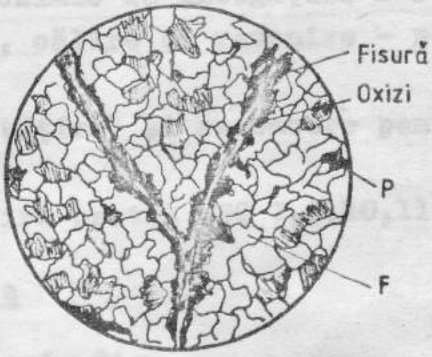


Fig. 14.6. OLC 45 Crăpătură mărginită de oxizi și zonă decarburată (320 : 1)

Fig.14.5. prezintă un oţel de scule OSC 8 fisurat ca urmare a supraîncălzirii în timpul operaţiei de călire. Crăpătura urmăreşte limita foştilor grăunţi de austenită.

Acest defect poate apărea şi la un anumit interval de timp (ore, zile) după călire. De aceea se impune efectuarea imediat după călire a unei reveniri joase (100-200°C) cu scopul eliminării tensiunilor interne.

O crăpătură în formă de Y printr-o bară prelucrată la cald prin laminare, se prezintă în fig.14.6. Aerul pătruns în interiorul materialului produce oxidarea marginilor crăpăturii şi decarburarea zonelor imediat învecinate.

14.5. ARDEREA

Arderea apare ca urmare a încălzirii oţelului la temperaturi prea ridicate apropiate de linia solidus. La această temperatură se produc topiri locale ale unor amestecuri eutectice pe bază de impurităţi de la limita grăunţilor. Oxigenul pătrunde în interiorul materialului producînd pelicule de oxizi de fier la limita de separare dintre grăunţi , precum şi pe suprafaţa acestora.

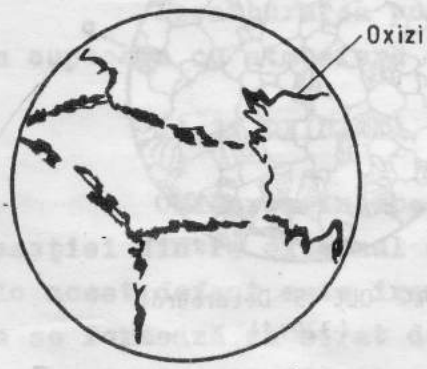


Fig. 14.7. OLC 60 Supraîncălzit şi ars (neatacat, 320:1) (320:1)

Coeziunea intercristalină scade considerabil, materialul devenind sfărîmicios, fragil (fig.14.7).

Arderea este un defect iremediabil.

15

STRUCTURI DE TRATAMENTE TERMICE SI TERMOCHIMICE ALE OTELURILOR

15.1. STRUCTURI DE TRATAMENTE TERMICE LA OTELURILE CARBON

Tratamentele termice se defineso ca procese tehnologice constînd din încălzîri, menţineri la o anumită temperatură, urmate de răciri cu diferite viteze, cu scopul îmbunătăţirii proprietăţilor fizico-mecanice ale pieselor din oţel.

Modificarea proprietăţilor se obţine ca urmare a:

- modificării naturii constituenţilor structurali;
- modificării aspectului geometric al constituenţilor structurali (structuri cu aspect: lamelar, sferoidal, acicular, poliedric, dendritic);
- modificării dimensiunilor grăunţilor şi a gradului lor de dispersie (structuri grosolane, fine). Aceste modificări se realizează prin tratamente termice: călire, revenire, recoacere sau tratamente termochimice: cementare, nitrurare.

Oţelurilor carbon, în funcţie de cantitatea de carbon pe care o conţin, li se pot aplica următoarele tratamente termice:

a) cementare (tratament termochimic de îmbogăţire a stratului superficial al materialului în C), călire şi revenire - pentru OLC 10, 15, 20.

b) călire şi revenire (îmbunătăţire) şi recoacere pentru OLC 25, 35, 45, 50, 55, 60.

c) recoacere, călire şi revenire pentru OSC 7,8,10,11,13.

15.1.1. Structuri de recoacere

Recoacerea, după destinaţie poate fi:

- recoacere de detensionare;
- recoacere de recristalizare;
- recoacere de omogenizare;
- recoacere de normalizare;
- recoacere de globulizare a perlitei;
- recoacere de înmuiere.

Prin încălziri şi menţineri la anumite temperaturi urmate de răciri lente (în aer, cu cuptorul etc.) se urmăreşte regenerarea edificiului cristalin, în urma căreia materialul îşi recapătă proprietăţile fizico-mecanice corespunzătoare echilibrului normal.

Recoacerea de detensionare se aplică cu scopul eliminării tensiunilor interne de ordin termic sau structural, rezultate ca urmare a unei prelucrări sau tratament termic anterior executat. Acest tip de recoacere nu produce modificări structurale observabile la microscop.

Recoacerea de recristalizare are ca scop refacerea structurilor ecruisate.

Fig.15.1 prezintă structura unui oţel feritic cu 0,01 %C, deformat plastic la rece, cu grăunţi alungiţi, sfărîmaţi şi orientaţi pe direcţia forţelor ce au produs deformaţia.

Printr-o încălzire la 600-700°C urmată de o răcire foarte lentă, ferita recristalizată îşi recapătă aspectul poliedric şi proprietăţile fizico-mecanice (fig.15.2).

Recoacerea de omogenizare are ca scop înlăturarea neomogenităţilor de compoziţie rezultate în urma unui proces de cristalizare în afară de echilibru.

Oţelul OT 400 STAS 600-80, după turnare (fig.15.3), prezintă o structură dendritică. Prin încălzire la temperatura de 1050-1100°C şi menţinere la această temperatură timp de 10-15 ore, atomii difuzează în interiorul grăunţilor, eliminînd segregaţia dendritică. Structura revine la aspectul normal poliedric. Răcirea se va face întotdeauna foarte lent.

Recoacerea de normalizare urmăreşte obţinerea unor grăunţi fini şi omogeni. Se aplică în general oţelurilor supraîncălzite cu grăunţi grosolani şi neuniformi.

Oţelul OLC 35 supraîncălzit (fig.15.5) după o recoacere de normalizare, constînd într-o încălzire cu 30-50°C peste punctul critic A_3 (aproximativ 860°C), scurtă menţinere pentru omogenizarea austenitei, apoi răcire lentă în aer, rezultă cu o structură fină, cu grăunţi mici şi uniformi (fig.15.6).

Recoacerea pentru globulizare are ca scop transformarea perlitei lamelare în perlită globulară, pentru uşurarea prelucrabilităţii prin aşchiere.

Se poate realiza prin recoacere pendulară, constînd din încălziri şi răciri repetate de scurtă durată, între 680-740°C,

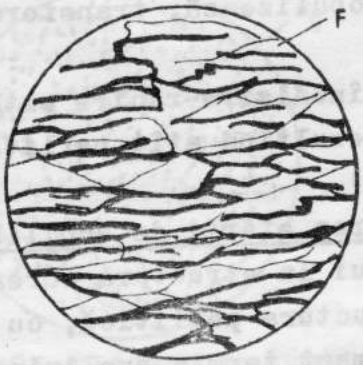


Fig.15.1. Oțel cu 0,01 % C.
Deformat la rece (500:1)

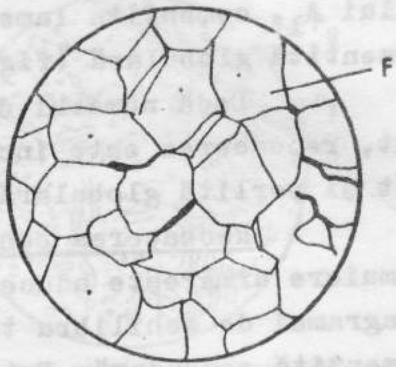


Fig.15.2. Oțel cu 0,01 % C.
După recoacerea de recristalizare
(500:1)

Fig. 15.3. OT 400. Structură dendritică, neomogenă, după turnare (500:1)

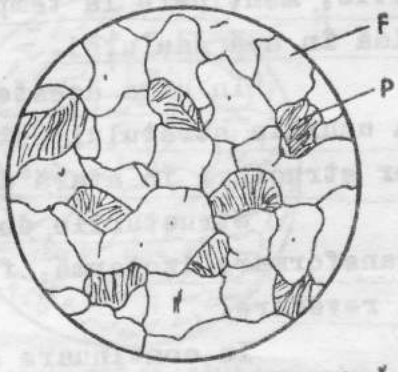


Fig. 15.4. OT 400. Structura după recoacere de omogenizare
(500:1)

Fig. 15.5. OLC 35. Supraîncălzit
(500:1)

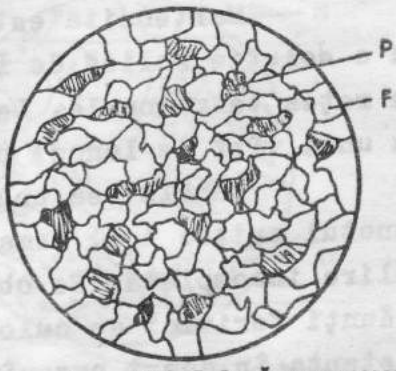


Fig. 15.6. OLC 35. După recoacerea de normalizare (500:1)

urmate de o răcire lentă. In urma acestor pendulări în jurul punctului A_1, cementita lamelară se globulizează, transformîndu-se în cementită globulară (fig.15.7).

Dacă numărul de cicluri încălzire-răcire este insuficient, recoacerea este incompletă, rezultînd atît perlită lamelară cît şi perlită globulară (fig.15.8).

Recoacerea pentru obţinerea stării de echilibru sau de înmuiere urmăreşte aducerea oţelului la structura corespunzătoare diagramei de echilibru termic: structura perlitică, cu ferită sau cementită secundară. Este un tratament termic preliminar.

15.1.2. Structuri de călire

Călirea presupune încălzirea oţelului în domeniul austenitic, menţinere la temperatura respectivă, urmată de o răcire rapidă în apă sau ulei.

In urma acestei operaţii creşte duritatea şi rezistenţa la uzură a stratului exterior al piesei, ca urmare a obţinerii unor structuri în afară de echilibru.

Structurile de tratament termic se pot obţine fie prin transformare izotermă, fie prin răcire continuă, fie prin călire şi revenire.

In continuare se redă aspectul microstructural al principalilor constituenţi structurali obţinuţi prin călire.

Călirea corectă de la 820°C în apă a unui oţel OLC 60, produce transformarea structurii perlito-feritice într-o martensită fină de călire (fig.15.9).

Martensita este constituentul tipic de călire, definit ca o soluţie solidă de fier α suprasaturată cu carbon, tensionată, cu reţea tetragonală. La microscop are un aspect acicular (sub forma unui vîrf de lance) pe fond de austenită reziduală.

Incălzirea unui oţel OLC 35 la temperatura de 750°C sub punctul critic A_{c3}, urmată de o răcire în apă, are drept efect o călire incompletă. Se obţin în structură alături de martensită şi grăunţi feritici de culoare deschisă (fig.15.10). Duritatea şi rezistenţa în acest caz sînt nesatisfăcătoare.

Dacă temperatura de călire este cu mult peste punctul critic, se produce creşterea grăunţilor de austenită. După o răcire bruscă, austenita se transformă într-o martensită acicular grosolană (fig.15.11). Printr-o răcire insuficient de bruscă (în ulei),

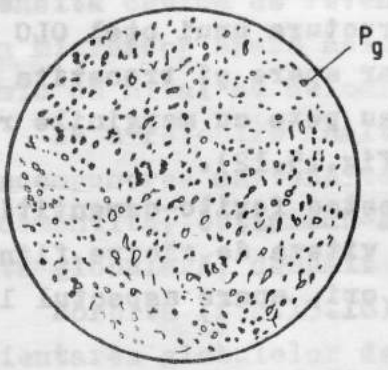


Fig. 15.7. OSC 8. Recopt pentru globulizare între 680-740 °C. Perlită globulară (500 : 1)

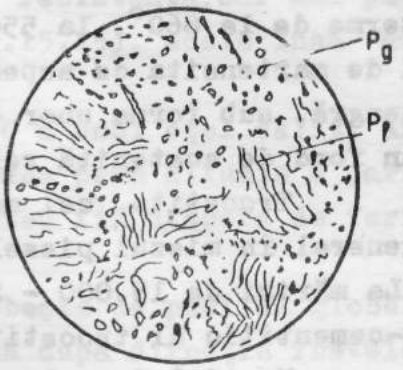


Fig 15.8. OSC 8. Recopt incomplet pentru globulizare. Perlită globulară și lamelară (500 : 1)

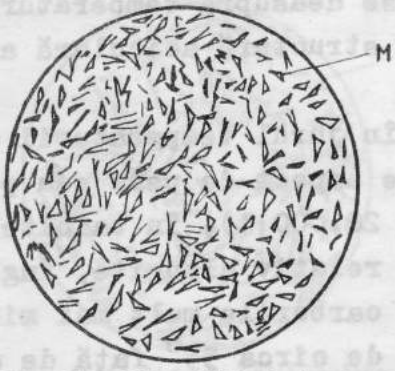


Fig. 15.9. OLC60. Călit de la 820 °C în ulei. Martensită fină (500 : 1)

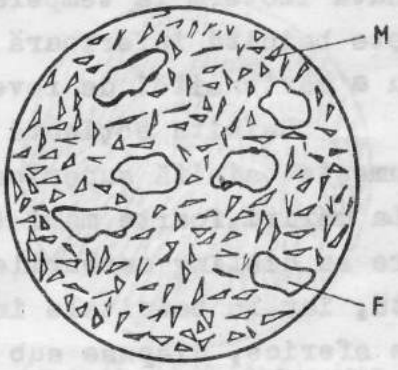


Fig. 15.10. OLC 35. Călit incomplet la 750 °C. Martensită și ferită (500 : 1)

Fig. 15.11. OLC 60. Călit de la 1000 °C în apă. Martensită grosolană de călire (1000 : 1)

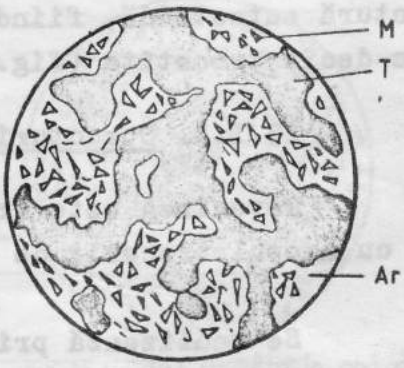


Fig. 15.12. OLC 45. Călit izoterm de la 860 °C. Troostită, martensită și austenită reziduală (320 : 1)

nedepăşindu-se viteza critică de călire, sau în cazul unei căliri izoterme de la 860°, la 550°C în structura unui oţel OLC 45, alături de martensita cu aspect acicular apare şi troostita de culoare neagră, sub forma unor cîmpuri sau pete cu marginile rotunjite pe un fond de austenită reziduală (fig.15.12).

Troostita, cel mai fin amestec ferito-cementitic apare în general în miezul pieselor, aici viteza de răcire fiind mai lentă. La măriri de 15.000 - 20.000 de ori, apare aspectul lamelar ferito-cementitic al troostitei.

Menţinînd acelaşi oţel OLC 45 într-o baie de săruri topite între 250-400°C, în structură apare bainita (fig.15.13).

Bainita se defineşte ca un amestec mecanic extrem de fin dispers, de ferită suprasaturată cu carbon şi carburi fine. Bainita obţinută izoterm la temperaturi joase deasupra temperaturii M_s se numeşte bainită inferioară şi are o structură acicular ă asemănătoare cu a martensitei de revenire.

Bainita obţinută izoterm în jurul temperaturii de 400°C se numeşte bainită superioară şi are aspect de pene sau paie tocate. La măriri foarte mari (15.000 - 20.000:1), în bainitele superioare se disting carburile mari şi relativ alungite, înglobate în ferită, iar în bainitele inferioare carburile mult mai mici, cu forme sferice, dispuse sub unghiuri de circa 55° faţă de axa plăcilor de bainită.

Călind oţelul OLC 60 izoterm de la 820°C la 600°C, austenita la această temperatură de menţinere izotermă, se va transforma într-o perlită sorbitică cu aspect lamelar. Se defineşte ca o structură eutectoidă, fiind un amestec ferito-cementitic mai grosolan decît troostita (fig.15.14).

15.1.3. Structuri de revenire

Revenirea este tratamentul termic aplicat unui oţel călit, cu scopul trecerii de la o stare instabilă la alta mai stabilă.

Se realizează prin încălzirea sub A_1 şi răcire lentă.

Structurile tipice de revenire sînt: martensita de revenire şi sorbita.

Martensita de revenire rezultă aplicînd oţelului călit cu structură martensitică o revenire joasă la 150-250°C. La această temperatură se produce transformarea martensitei tetragonale

în martensită cubică de revenire, dură, rezistentă, dar mai puţin fragilă. La microscop apare acicular (fig.15.15), acele însă după atacul chimic cu nital au culoare neagră.

La o revenire înaltă la 600°C a unui oţel călit, are loc după descompunerea martensitei, creşterea prin difuzie a particulelor de cementită, obţinîndu-se un amestec fin dispers de ferită şi cementită globulară, denumit sorbită.

Sorbita (fig.15.16) se deosebeşte de perlita globulară prin orientarea globulelor de cementită după direcţia fostelor ace de martensită din care provin. Sorbita conferă oţelului proprietăţi de rezistenţă şi tenacitate ridicate.

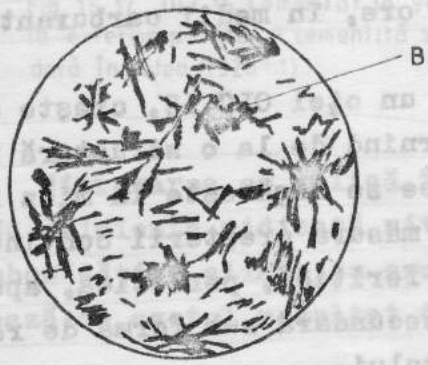


Fig. 15.13. OLC 45. Călit izoterm la 350°C. Bainită superioară (320 : 1)

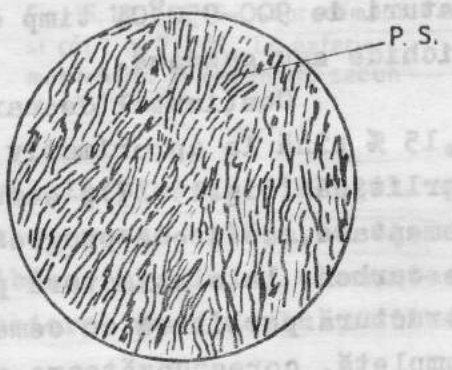


Fig. 15.14. OLC 60. Călit izoterm la 600 °C. Perlită sorbitică (500 : 1)

Fig. 15.15. OSC 11. Călit la 1000°C şi revenit la 200 °C. Martensită de revenire (1000 : 1)

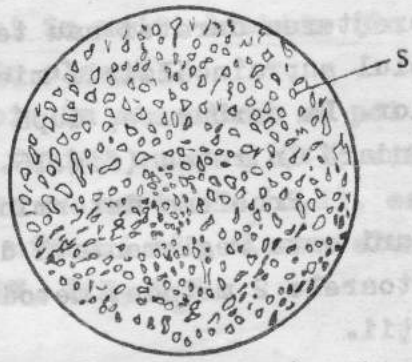


Fig. 15.16. OLC 60. Călit în apă şi revenit la 600 °C. Sorbită de revenire (500 : 1)

15.2. STRUCTURI DE TRATAMENTE TERMOCHIMICE

Scopul tratamentelor termochimice constă în mărirea durităţii şi rezistenţei la uzare a suprafeţei pieselor, păstrîndu-se tenacitatea miezului. Se realizează prin difuzie la temperaturi înalte în suprafaţa piesei a unor elemente ca: azot, carbon, aluminiu, sulf etc.

15.2.1. Carburarea

Cementarea constă în îmbogăţirea în carbon a stratului superficial al pieselor. Acest tratament termochimic se aplică oţelurilor cu conţinut redus de carbon, cuprins între 0,1 - 0,25%, OLC 10, 15 şi 20. Se realizează prin încălzirea pieselor la temperaturi de 900-950°C, timp de 4-10 ore, în medii carburante solide, lichide sau gazoase.

Conţinutul de carbon la un oţel OLC 15, creşte de la 0,15 % pînă la aproximativ 1%. Pornind de la o structură ferito-perlitică (fig.15.17), structură ce se regăseşte în miez şi după cementare, se trece progresiv, pe măsura creşterii conţinutului de carbon, la o structură perlito-feritică, perlitică, apoi la o structură perlitică cu cementită secundară sub formă de reţea incompletă, corespunzătoare exteriorului.

Dacă aceluiaşi material după cementare i se aplică o călire de la 760°C, pe toată porţiunea carburată se va obţine martensita de călire.

Adîncimea de cementare (0,4 - 2 mm) se poate mări odată cu creşterea duratei sau temperaturii de cementare. Apare însă pericolul supraîncălzirii miezului sau supracarburării stratului exterior. La carburare, după călire, apare în martensită şi cementita secundară în reţea (fig.15.18).

Problema determinării adîncimii stratului cementat la oţeluri este reglementată de STAS 7235-80 care recomandă una din următoarele 2 metode: metoda microscopică sau metoda măsurării durităţii.

15.2.2. Nitrurarea

Nitrurarea se poate defini ca tratamentul termochimic de îmbogăţire în azot a stratului superficial al materialului, cu scopul creşterii durităţii, rezistenţei la uzură, la oboseală şi la coroziune.

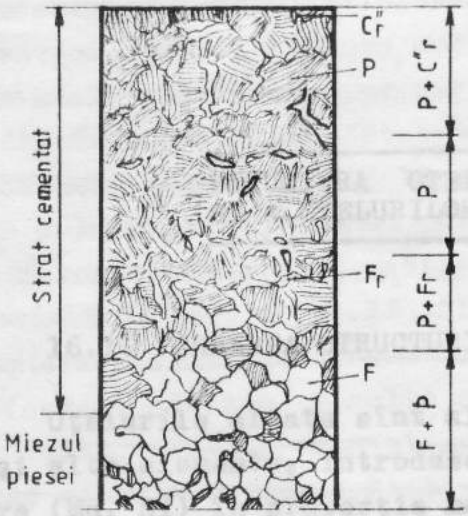


Fig. 15.17 OLC 15. Cementat la 900 °C la exterior perlită și cementită secundară în rețea (320 : 1)

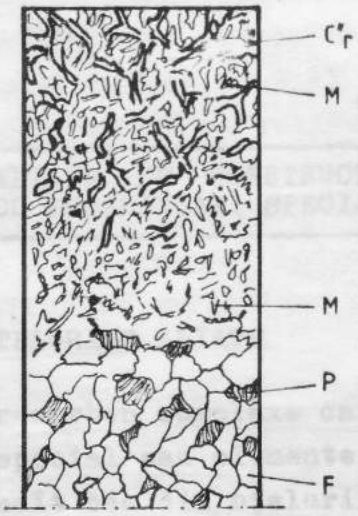


Fig. 15.18 OLC 15. Supracementat și călit la 760 °C. La exterior, martensită și cementită secundară în rețea

Nitrurarea se aplică în general la piesele din oțel și fontă. Cu eficiență ridicată nitrurarea se poate aplica la oțelurile de îmbunătățire aliate cu crom, molibden, aluminiu, elemente care formează cu azotul rezultat din disocierea amoniacului, nitruri stabile.

După nitrurare, macroscopic, suprafața piesei prezintă o culoare argintie mată.

Adîncimea stratului nitrurat este 0,2 - 0,6 mm și se poate determina conform STAS 12160-86.

Nitrurarea se poate realiza și în medii lichide (în băi de săruri) sau prin nitrurare ionică (în plasmă).

Din punct de vedere microscopic în structură se pot regăsi următorii constituenți structurali: ferită cu azot (α), nitruri de fier Fe_4N (γ') și Fe_2N (ε), cementite cu azot $Fe_3(C,N)$, carbonitruri $Fe_2(C,N)$ și $Fe_4(C,N)$ precum și nitruri ale elementelor de aliere de tipul: CrN, Cr_2N, VN, MoN, AlN, TiN, W_2N.

16

STRUCTURA OTELURILOR ALIATE DE CONSTRUCTIE SI A OTELURILOR ALIATE CU PROPRIETATI SPECIALE

16.1. FORMAREA STRUCTURILOR IN OTELURILE ALIATE

Oţelurile aliate sînt aliaje fier-carbon complexe care conţin şi alte elemente, introduse în mod special sau elemente însoţitoare (Mn, Si) în proporţie mai mare decît cea din oţelurile carbon obişnuite. Alierea se face în scopul îmbunătăţirii proprietăţilor mecanice sau obţinerii unor proprietăţi fizice şi chimice speciale.

Principalele elemente de aliere folosite în mod curent la elaborarea oţelurilor aliate sînt: Cr,Ni,Mn,Si,W,Mo,V, iar în cazuri mai rare: Co, Ti, Al, Cu, Nb, Zr, B, N, Be. Majoritatea elementelor de aliere se dizolvă în ferită şi austenită, mărind rezistenţa mecanică a acestora, unele putînd forma carburi simple şi duble (Mn,Cr,W,Mo,V,Zr,Nb,Ti) sau cementite aliate, contribuind la creşterea rezistenţei şi durităţii oţelului.

După influenţa pe care o manifestă asupra transformărilor alotropice ale fierului, elementele de aliere pot fi alfagene sau gamagene. Elementele alfagene (Cr,W,V,Si,Mo,Ti,ş.a) lărgesc domeniul de existenţă al feritei, coborînd punctul critic A_4 şi ridicîndu-l pe A_3 (îngustează domeniul austenitic). Elementele de aliere gamagene (Mn,Ni,Co,Pt,ş.a) lărgesc domeniul austenitei, deplasînd punctul A_3 în jos şi pe A_4 în sus; la conţinuturi mari de elemente gamagene austenita ajunge să fie stabilă chiar la temperatura ambiantă (oţeluri austenitice).

Elementele de aliere (mai puţin Cu, Co, Al) deplasează punctul eutectoid S şi cel de saturaţie a austenitei E spre conţinuturi mai mici de carbon, adică spre stînga. La un conţinut ridicat în elemente de aliere, deplasarea puternică a punctului E la stînga face ca un oţel înalt aliat (de ex. cu 0,8 % C şi mult Cr şi W) să aibă structură ledeburitică.

Cu excepţia manganului şi aluminiului, elementele de aliere, în special cele care formează carburi, reduc tendinţa de creştere a grăunţilor de austenită, asigurînd o structură cu grăunţi fini şi o rezilienţă mare.

Toate elementele de aliere, cu excepţia cobaltului, măresc stabilitatea austenitei suprarăcite, micşorînd viteza sa de transformare în structuri perlitice sau bainitice. Diagramele TTT vor fi deci deplasate spre dreapta; în consecinţă viteza critică de călire se micşorează, mărindu-se călibilitatea oţelurilor.

Influenţa alierii se manifestă şi asupra transformării martensitice, elementele de aliere, cu mici excepţii (Co şi Al), coborînd temperaturile caracteristice, în special punctul Ms, mărind cantitatea de austenită reziduală.

Elementele de aliere vor afecta puternic toate procesele de la revenire care se bazează pe difuzie. Astfel, elementele de aliere micşorează vitezele de transformare ale austenitei reziduale în martensită de revenire şi ridică temperaturile la care au loc aceste transformări. Micşorînd viteza de difuzie a carbonului, elementele de aliere, mai ales siliciul şi cele care formează carburi (Cr,V,Mo,W), influenţează puternic formarea structurilor de revenire (amestecuri de carburi globulare şi ferită aliată); ele împiedecă separarea şi coalescenţa carburilor, micşorarea durităţii cu temperatura fiind mai puţin intensă decît la oţelurile carbon.

Principalele criterii de clasificare ale oţelurilor aliate sînt acelea după structura în stare de echilibru (de recoacere) şi după structura la răcirea în aer.

Clasificarea oţelurilor aliate după compoziţia şi structura în stare recoaptă (răcire lentă cu cuptorul) se bazează pe influenţa manifestată de elementele de aliere asupra compoziţiei punctelor S,E,A_3 şi A_4 din diagrama Fe-C.

Distingem astfel trei categorii de oţeluri aliate:

- oţeluri hipoeutectoide, la conţinuturi mai mici de carbon şi elemente de aliere (structura: ferită+perlită); sînt oţeluri slab aliate de construcţii;
- oţeluri hipereutectoide, la conţinuturi medii de carbon şi elemente de aliere (structura: perlită+ carburi secundare); din această categorie fac parte oţelurile slab şi mediu aliate pentru scule;
- oţeluri ledeburitice, la conţinuturi mari de carbon şi elemente de aliere (structura: ledeburită+carburi secundare + perlită); sînt oţeluri înalt aliate, dure, pentru scule.

La conţinuturi mici de carbon structura oţelurilor înalt aliate recoapte poate fi feritică sau austenitică, după cum alierea s-a făcut cu elemente alfagene sau gamagene.

După structura obţinută prin răcirea în aer oţelurile aliate se împart în:

- oţeluri perlitice, de structură lamelară formată din perlită aliată sau constituenţi de tranziţie de tip perlitic. Sînt oţeluri cu conţinut redus de carbon şi elemente de aliere (slab aliate) folosite curent în construcţia de maşini;

- oţeluri martensitice. Conţinutul mediu de carbon şi ridicat de elemente de aliere, conduce la o structură martensitică sau troostitică, dură şi fragilă, ceea ce face ca aceste oţeluri să fie puţin utilizate;

- oţeluri austenitice, de structură austenitică determinată de conţinutul ridicat de elemente gamagene (Mn,Ni). Sînt oţeluri înalt aliate, întrebuinţate îndeosebi pentru proprietăţile lor fizice şi chimice speciale.

Obţinerea acestor structuri poate fi pusă în legătură cu deplasarea diagramei TTT. Pentru aceeaşi viteză de răcire în aer, deplasarea la dreapta a diagramei TTT şi în jos a punctului Ms este cu atît mai pronunţată cu cît cantitatea elementelor de aliere este mai mare, curba vitezei de răcire putînd să intersecteze curbele TTT (rezultă structură perlitică), sau să fie la stînga tangentei la curba de început de transformare (rezultă structura martensitică). Rezultă structură austenitică, cînd punctul Ms este situat sub $0^{o}C$.

In cazul oţelurilor înalt aliate cu siliciu sau cu alte elemente alfagene, structura care se obţine după răcirea în aer poate fi formată din ferită aliată (oţeluri feritice), la un conţinut redus de carbon, sau în general dintr-o matrice feritică, austenitică ori martensitică în care sînt înglobate carburile (oţeluri cu carburi) la un conţinut ridicat de carbon. Oţelurile feritice sînt oţeluri cu proprietăţi fizice şi chimice speciale; oţelurile cu carburi au duritate mare, stabilitate termică ridicată şi se utilizează îndeosebi pentru scule de mare randament.

Standardele noastre clasifică oţelurile aliate după domeniul lor de utilizare în trei mari categorii:

- oţeluri aliate de construcţie;
- oţeluri aliate pentru scule;
- oţeluri aliate cu proprietăţi speciale (fizice, chimice, mecanice).

16.2. OTELURI ALIATE DE CONSTRUCTIE

Oţelurile aliate de construcţie obişnuite sînt oţeluri slab aliate, cu un grad de aliere sub 5 % şi pot fi aliate cu Cr, Ni, Mn, Cr-Ni, Cr-Mn, Cr-Mo, Cr-V, Si-Mn, Cr-Ni-Mo, Cr-Mn-Ti etc. Aceste oţeluri prezintă o structură asemănătoare oţelurilor carbon hipoeutectoide, alierea perlitei şi feritei conferindu-le proprietăţi superioare acestora: grăunţi mai fini, călibilitate mai ridicată, rezistenţă şi duritate mărite.

Din punctul de vedere al tratamentelor termice, oţelurile aliate de construcţie se împart în: oţeluri de cementare (max. 0,2 % C), oţeluri de îmbunătăţire (0,2 -0,6 % C) şi oţeluri de revenire joasă (0,95-1,1 % C).

Oţelurile aliate de cementare sînt oţeluri de uz general (STAS 791-88), aliate cu crom (15 Cr 08), crom şi mangan (18 MnCr 10), crom, mangan şi molibden (21 MoMnCr 12), nichel, crom şi molibden (18 MoCrNi 13), nichel şi crom (13 CrNi 30), nichel şi molibden (20 MoNi 35), crom, mangan şi titan (21 TiMnCr 12). Se folosesc la fabricarea unor organe de maşini importante (roţi dinţate, axe cu came etc.) care se cementează, se călesc şi apoi se revin la temperaturi joase.

Structura după tratament este martensită de revenire în stratul cementat, iar în miez de ferită şi perlită, troostită, bainită sau martensită săracă în carbon, ceea ce asigură duritate ridicată la exterior, rezistenţă şi tenacitate mare în miez.

Oţelurile cu crom conţin pînă la 1 % Cr şi se utilizează pentru piese mici, de forme simple, care trebuie cementate pe adîncimi de 1-1,5 mm. Adaosul de 0,9-1,2 % mangan (Cr-Mn) măreşte călibilitatea (înlocuieşte Ni deficitar şi scump) şi tenacitatea, iar alierea cu titan (Cr-Ni-Ti; max. 0,1 % Ti) micşorează sensibil susceptibilitatea la supraîncălzire şi asigură o granulaţie fină structurii. Oţelul standardizat 18 MnCr 10 cu 0,18 % C şi 1 % Mn are în stare normalizată la 875°C o structură bainitică (fig.16.1).

In oţelurile Cr-Ni, prezenţa nichelului măreşte rezistenţa şi tenacitatea stratului cementat, asigură o granulaţie fină, măreşte sensibil rezistenţa şi tenacitatea miezului în care se obţine, după cementare şi călire, martensită săracă în carbon sau bainită inferioară. Alierea cu 0,2-0,4 % molibden (Cr-Ni-Mo) micşorează tendinţa de creştere a grăuntelui de austenită, măreşte foarte mult călibilitatea şi reduce fragilitatea la revenire a oţelului.

Oţelurile aliate de îmbunătăţire (STAS 791-88) conţin între 0,2-0,6 % C şi sînt aliate cu crom (40 Cr 10), mangan (35 Mn 16), crom şi nichel (41 CrNi 12), crom şi molibden (41 MoCr 11), crom nichel şi molibden (34 MoCrNi 15),
crom şi vanadiu (50 VCr 11). Se utilizează în stare călită şi revenită la temperaturi înalte, tratament ce asigură o structură sorbitică cu carburi globulare, rezistenţă la eforturi mari şi solicitări dinamice.

Oţelurile cu crom conţin aproximativ 0,4 % C şi 1 % Cr, au călibilitate bună şi viteză critică de călire mică, la secţiuni mai mici de 50 mm putînd fi călite în ulei. Adaosul de molibden (0,15-0,3 % Mo) îmbunătăţeşte călibilitatea şi stabilitatea la revenire a acestor oţeluri. In stare normalizată un oţel Cr-Ni, de exemplu oţelul 41 MoCr 11, are o structură perlito-feritică, cu perlită foarte fină (fig.16.2), iar după călire, structura este martensitică (fig16.3). Se utilizează pentru organe de maşini puternic solicitate cu secţiune mare de îmbunătăţire (rotoare de turbină, arbori pentru motoare cu ardere internă etc.).

Oţelurile crom-nichel conţin în medie 0,4 % C, 0,6 % Cr şi 1,2 % Ni. Alierea simultană cu crom şi nichel măreşte călibilitatea şi îmbunătăţeşte sensibil proprietăţile mecanice ale oţelurilor, în special rezilienţa şi rezistenţa la oboseală. Prezentînd o susceptibilitate ridicată la fragilizare prin revenire, oţelurile Cr-Ni trebuie răcite rapid (în apă) de la temperatura de revenire (500-600°C) sau să se alieze cu 0,2-0,4 % Mo; un exemplu în acest sens este oţelul 30 MoCrNi 20 aliat cu 0,25-0,35 % Mo. In stare normalizată, structura acestui oţel este ferito-perlitică, asemănătoare oţelurilor carbon.

Oţelurile aliate de revenire joasă (STAS 1456/1-80) sînt oţeluri slab aliate cu destinaţie precizată şi se utilizează la fabricarea rulmenţilor. Se caracterizează prin puritate înaintată (max 0,02 % S, 0,027 % P, 0,3 % Ni şi 0,25 % Cu), omogenitate macro şi microstructurală superioară şi rezistenţă foarte ridicată la solicitări mecanice complexe, oboseală şi uzare. Sînt standardizate două mărci de oţeluri pentru rulmenţi, RUL 1 şi RUL 2, care au aceleaşi conţinuturi de carbon şi crom: 0,95-1,1 % C (oţeluri hipereutectoide) şi 1,3-1,6 % Cr. Pentru a le mări călibilitatea, aceste oţeluri conţin mangan şi siliciu în limitele obişnuite ale oţelurilor de construcţii: 0,2-0,45 % Mn şi 0,17-0,37 % Si (RUL 1), 0,9-1,2 % Mn şi 0,4-0,65 % Si (RUL 2).

Fig. 16.1. 18 MnCr10 STAS 791 - 88, normalizat. Bainită. Atac nital. 300 : 1

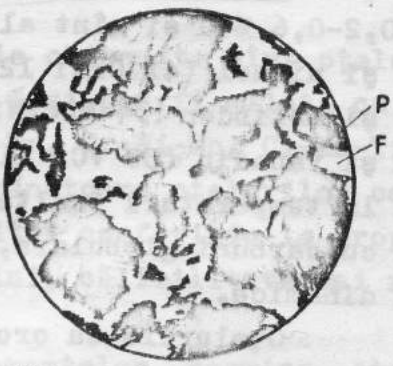


Fig. 16.2. 41MoCr11 STAS 791 - 88, normalizat. Perlită foarte fină și ferită. Atac nital. 500 : 1

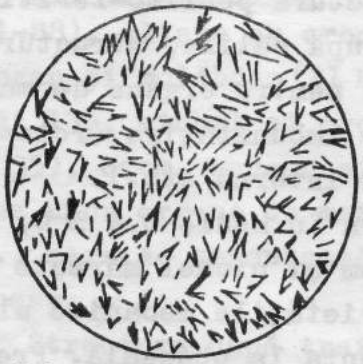


Fig. 16.3. 41MoCr11 STAS 791 - 88, călit. Martensită. Atac nital. 500 : 1

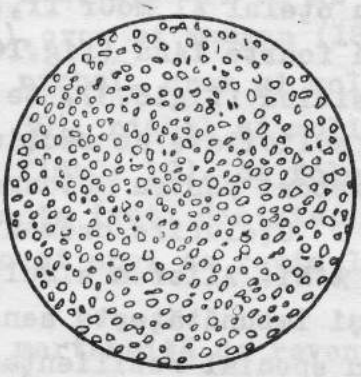


Fig. 16.4. RUL 2 STAS 1456/1-80, recopt. Perlită globulară și carburi fine. Atac nital. 500 : 1

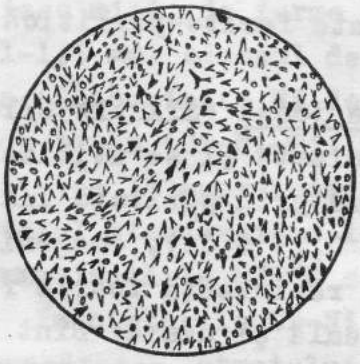


Fig. 16.5. RUL 2 STAS 1456 /1-80, călit și revenit jos. Martensită fină. Atac nital. 300 : 1

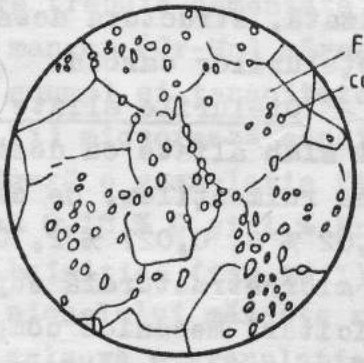


Fig. 16.6. 8/Ti/Cr 170 STAS 3583-87, recopt. Ferită aliată și carburi. Atac apă regală. 300 : 1

Tratamentele termice care se aplică acestor oţeluri constau în: recoacere de globulizare (680-850°C), după care se obţine o structură perlitică globulară cu carburi fin dispersate (fig. 16.4), urmată de o călire în ulei sau apă de la 800-850°C şi revenire joasă (150-200°C); structura finală constă din martensită fină de revenire (fig.16.5).

16.3. OTELURI ALIATE CU PROPRIETATI SPECIALE

Aceste oţeluri fac parte, în general, din categoria oţelurilor înalt aliate, elementele de aliere conferindu-le proprietăţi fizice, chimice şi mecanice speciale. Din această grupă fac parte oţelurile inoxidabile, anticorozive, refractare, rezistente la uzare prin şoc, cu proprietăţi termice electrice şi magnetice deosebite.

Oţelurile inoxidabile sînt oţeluri rezistente la temperatura ambiantă, la coroziune atmosferică şi în medii agresive (abur, gaze, soluţii de săruri, acizi) care au temperaturi mai mari de 600°C. Principalul element de aliere a acestor oţeluri este cromul.

Oţelurile inoxidabile cu crom se împart după conţinutul mediu de crom în oţeluri Cr 13 (13%Cr), Cr 17 şi Cr 27. Conţinutul de carbon variază între 0,08-0,45 % C la oţelurile Cr 13 dar nu depăşeşte 0,15 % C la oţelurile Cr 17 şi Cr 27. După conţinutul de crom şi carbon, structura obţinută la răcire în aer poate fi feritică (Cr 13, Cr 17, Cr 27), ferito-martensitică sau martensitică (Cr 13). Oţelurile feritice neprezentînd transformări în stare solidă nu se pot trata termic. Durificarea obţinută prin călirea oţelurilor de structură martensitică creşte cu creşterea conţinutului de carbon şi aceea a temperaturii de austenitizare.

Oţelul 8(Ti) Cr 170 (STAS 3583-87) are o structură feritică formată din grăunţi poliedrici de ferită aliată cu crom şi separări izolate de carburi (fig.16.6). Se utilizează în stare recoaptă pentru utilaje chimice ca: tuburi de absorbţie, schimbătoare de căldură, rezervoare pentru acizi etc.

Pentru îmbunătăţirea rezistenţei la coroziune, refractarităţii şi rezistenţei mecanice, oţelurile inoxidabile cu crom se aliază cu nichel.

Oţelurile inoxidabile crom-nichel conţin maximum 0,12 % C, cele mai răspîndite fiind oţelurile 18-8 (18 % Cr, 8 % Ni), de structură austenitică. Tratamentul termic aplicat acestor oţeluri constă

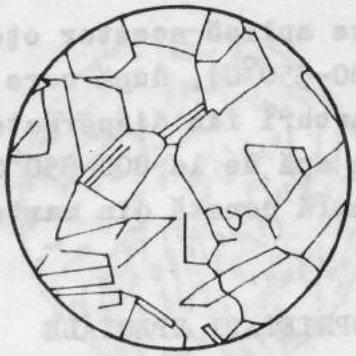


Fig. 16.7. 12 Ni Cr 180 STAS 3583-87, călit. Austenită aliată omogenă. Atac apă regală. 300:1

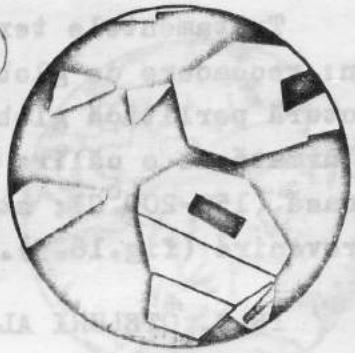


Fig. 16.8. T 130 Mn 135 STAS 3718-88, călit. Austenită poliedrică cu macle. Atac nital. 300:1

dintr-o călire de punere în soluţie a carburilor de la temperaturi înalte (1050-1100°C); prin răcire cu viteză mare (în aer, ulei sau apă) se evită precipitarea carburilor, rezultînd o structură formată din austenită cu grad mare de omogenitate. Microstructura unui astfel de oţel, 12 NiCr 180 (STAS 3583-87), este dată în fig.16.7. Se utilizează la fabricarea pieselor şi pentru elemente de utilaje şi instalaţii tehnologice care lucrează în medii corozive, la temperaturi de exploatare sub 800°C.

Oţelurile rezistente la uzare sînt oţelurile austenitice înalt aliate cu mangan, turnate în piese, denumite şi oţeluri austenitice manganoase, care trebuie să lucreze în condiţii de frecare abrazivă sub sarcini dinamice (cu şocuri) la temperaturi sub 200°C. Conţin 0,9-1,4 % C şi 11,5-14,5 % Mn. In stare turnată structura este formată din austenită înalt aliată şi carburi în exces, separate la limitele grăunţilor. Pentru dizolvarea carburilor care micşorează rezistenţa şi tenacitatea oţelului, piesele după turnare se călesc în apă de la 1050-1100°C, rezultînd numai austenită. O astfel de structură, formată din grăunţi poliedrici de austenită cu macle, este dată în fig.16.8, pentru oţelul T 130 Mn 35 (STAS 3718-88). Caracteristică acestei structuri este capacitatea mare de durificare prin ecruisare a austenitei în procesul de lucru, în condiţiile menţinerii unei tenacităţi ridicate. Se utilizează pentru fălci de concasoare, dinţi de excavatoare, şenile, ace de macaze, căptuşeli de mori şi case de bani etc.

STRUCTURA OTELURILOR ALIATE DE SCULE

Oţelurile de scule sînt destinate pentru fabricarea sculelor de aşchiere, presare şi măsurare; pot fi oţeluri carbon de scule şi oţeluri aliate de scule.

Oţelurile carbon de scule au fost tratate în lucrarea care se referă la structurile diagramei Fe-C.

Oţelurile aliate de scule conţin acele elemente de aliere care formează carburi stabile, măresc călibilitatea şi rezistenţa la uzură. Ele au conţinuturi ridicate de carbon şi conţin: crom, wolfram, vanadiu, molibden, eventual mangan şi cobalt.

Oţelurile aliate de scule se împart în:

- oţeluri slab şi mediu aliate de scule, la care elementele de aliere sînt sub 10 %;
- oţeluri înalt aliate de scule, care conţin elemente de aliere peste 10 %.

Oţelurile slab aliate de scule (STAS 3611-88) au proprietăţi analoage cu cele ale oţelurilor carbon de scule, cu deosebirea că se călesc în ulei, deci pot fi de secţiuni şi forme mai complicate. Structurile oţelurilor slab aliate de scule sînt şi ele analoage cu structurile oţelurilor carbon de scule la conţinut de carbon echivalent, cele utilizate pentru aşchiere îşi păstrează capacitatea de tăiere pînă la 200-220°C întocmai ca şi oţelurile carbon de scule. La regimuri de aşchiere mai mari, unde se dezvoltă peste 200-220°C, martensita de călire a oţelurilor de scule slab aliate începe să se descompună în structuri eutectoide, deci scula îşi pierde capacitatea de tăiere, înmuindu-se.

Oţelurile înalt aliate de scule, datorită conţinutului ridicat de elemente de aliere, au carburi stabile pînă la 25 % din structură, de aceea se caracterizează prin: rezistenţe mecanice ridicate, deosebită rezistenţă la uzură, rezistenţă la cald, iar cele destinate aşchierii, capacitate de tăiere pînă la 600-700°C.

Oţelul C 120 (STAS 3611-88) conţine 1,8-2,2 % C şi 11,0 - 13,0 % Cr şi face parte din categoria oţelurilor ledeburitice.

După turnare se supune forjării, prelucrare prin care eutecticul ledeburitic se fărîmiţează. După recoacere, structura se descompune în eutectoid fin sorbitic şi carburi în exces (fig.14.1). Prin călire (950-1050°C) carburile secundare se dizolvă, cele ledeburitice devin mai fine prin dizolvare parţială, iar eutectoidul sorbitic se transformă în martensită, rămînînd în structură şi austenită reziduală. După revenire joasă, 200-220°C, austenita reziduală se transformă în martensită, astfel încît oţelul de structură martensită şi carburi fine, are duritate maximă. Oţelul C 120 se utilizează pentru scule nedeformabile şi rezistente la uzură, scule de aşchiere, matriţe pentru deformat la cald şi la rece, instrumente de măsură etc.

Pentru mărirea productivităţii operaţiilor de aşchiere, precum şi pentru posibilitatea aşchierii materialelor metalice mai dure este nevoie ca regimul de aşchiere să fie cît mai înalt, adică turaţia maşinii, avansul sculei, adîncimea de tăiere, să fie cît mai mari. In aceste condiţii, între tăişul sculei şi material au loc frecări mari, care se transformă în căldură preluată de sculă, material şi aşchie. Scula se încălzeşte cu atît mai mult, cu cît geometria necesară tăierii, face ca tăişul să cuprindă un volum mai mic de material. Acest material al tăişului trebuie să-şi menţină capacitatea de tăiere peste 200-220°C, fapt asigurat de prezenţa în structură a carburilor stabile la temperatură.

Elementele chimice care asigură formarea acestor carburi stabile sînt: wolframul, cromul şi molibdenul. Astfel s-au elaborat oţeluri înalt aliate de scule destinate aşchierii rapide, numite oţeluri rapide (STAS 7382-88).

Dintre mărcile standardizate de oţeluri rapide, cea care corespunde celor mai înalte regimuri de aşchiere, pînă la 600-700°C, este marca de oţel rapid Rp3.

Oţelul rapid Rp3 conţine 0,7-0,8 % C, 18 % W, 4 % Cr şi 1 % V (18-4-1); datorită conţinutului mare de wolfram este cel mai scump dintre mărcile de oţel rapid.

Fig.17.2 prezintă oţelul Rp3 în stare recoaptă; structura este formată din: carburi ledeburitice şi carburi secundare (separate din austenită) în masă de eutectoid sorbitic.

Călirea oţelului Rp3 se face prin încălzire în două trepte pînă la temperatura de 1280°C ± 10°C.

Prin încălzire are loc transformarea eutectoidului sorbitic în austenită şi dizolvarea parţială a carburilor în această

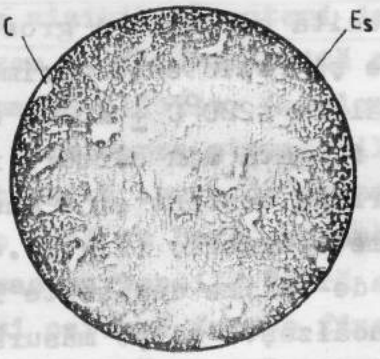


Fig. 17.1 Oțel C120 STAS 3611 - 88 recopt. Eutectoid sorbitic și carburi. Atac nital. 300 : 1

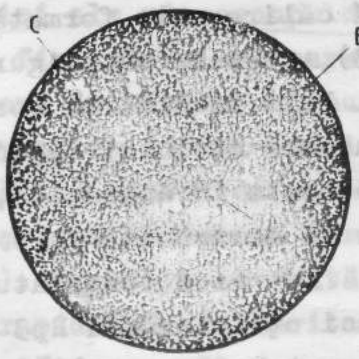


Fig. 17.2 Oțel Rp3 STAS 7382 - 88 recopt. Carburi ledeburitice, carburi secundare și eutectoid sorbitic. Atac nital. 300 : 1

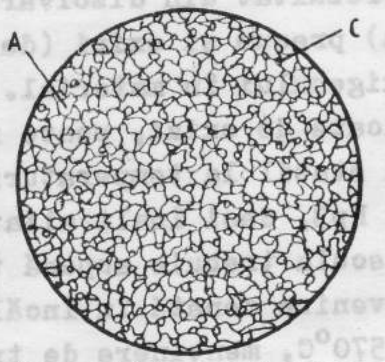


Fig. 17.3. Oțel Rp 3 STAS 7382 - 88 Călit dela 1240 °C. Austenită și carburi grosolane. Atac nital. 300 : 1

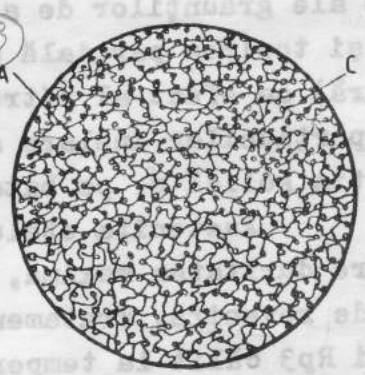


Fig. 17.4. Oțel Rp 3 STAS 7382 - 88 Călit dela 1280 °C. Austenită și carburi fine. Atac nital. 300 : 1

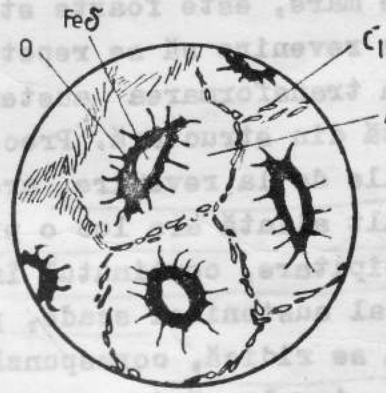


Fig. 17.5 Oțel Rp 3 STAS 7382 - 88 supraîncălzit și ars. Austenită, schelet ledeburitic, oxizi și fază δ. Atac nital. 300 : 1

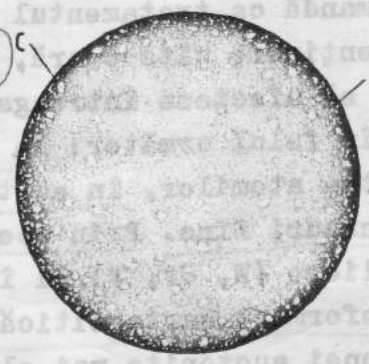


Fig. 17.6. Oțel Rp 3 STAS 7382 - 88 călit dela 1280 °C și revenit la 570 °C. Martensită (hardenită) și carburi fine. Atac nital. 300 : 1

austenită. Temperatura de călire trebuie strict respectată ± 10°C; dacă temperatura maximă nu este decît 1240°C, structura obţinută după călire este formată din austenită şi carburi grosolane (fig. 17.3), ceea ce nu asigură duritate şi rezistenţă maxime materialului. Prin încălzirea corectă la călire 1280°C ± 10°C, după răcire structura oţelului rapid Rp3 este formată din carburi fine, fin dispersate în austenită, care cuprinde coerent şi o anumită cantitate de martensită care nu apare metalografic (fig.17.4).

Dacă temperatura maximă de călire depăşeşte 1280°C ± 10°C, atunci oţelul rapid Rp3 se supraîncălzeşte şi pe măsură ce creşte temperatura, se produc oxidări şi topiri parţiale de material, ca de exemplu structura prezentată în fig.17.5. In acest caz este vorba de rebutarea sculei, structura este formată din: austenită supraîncălzită, schelet ledeburitic de carburi plasat în fostele limite ale grăunţilor de austenită (rezultat din dizolvarea carburilor şi topirea parţială a acesteia) precum şi oxizi (de culoare neagră) ca efect al pătrunderii oxigenului în material. In interiorul porţiunilor inelare sau ramificate de oxizi, poate fi prezentă soluţia solidă δ, pe baza fierului stabil la temperaturi înalte.

Austenita oţelului rapid Rp3, deşi înalt aliată şi fină, nu are duritatea maximă, de aceea scula trebuie supusă tratamentului de revenire. Tratamentul de revenire constă în încălzirea oţelului Rp3 călit la temperatura de 570°C, menţinere de trei ore, urmată de răcire lentă.

In procesul revenirii, austenita de la călire se transformă în martensită foarte fină. Deoarece austenita, ca efect al elementelor de aliere în cantitate mare, este foarte stabilă, se recomandă ca tratamentul termic de revenire să se repete de 3 ori, cu menţinere cîte o oră, pentru ca transformarea austenită-martensită să afecteze întreaga austenită din structură. Procesul are loc în felul următor: la menţinerile de la revenire, crescînd mobilitatea atomilor, în austenita înalt aliată are loc o precipitare de carburi fine. Prin această precipitare, conţinutul în elemente de aliere (W, Cr, V) şi în carbon al austenitei scade, punctele de transformare martensitică M_S şi M_F se ridică, corespunzătoare fiind unei austenite mai slab aliate, iar la răcirea de la revenire, întîlnind la temperaturi mai ridicate aceste puncte critice, austenita se transformă în martensită. Astfel, structura oţelului Rp3 călit de la 1280°C şi revenit de trei ori la 570°C, este formată din martensită şi carburi foarte fin dispersate în masa martensitei (fig.17.6).

Martensita oţelului rapid se deosebeşte ca aspect structural de martensita clasică a oţelurilor carbon, cu aspect acicular grosolan, vizibil la puteri de mărire mici ale microscopului. Ea este extrem de fină datorită carburilor fine globulare care limitează formarea plăcilor (acelor). La puteri de mărire obişnuit folosite la examinarea structurilor metalografice (300:1-600:1) această martensită apare de culoare închisă (la atacul cu nital), cu aspect de masă de bază omogenă. Se numeşte şi hardenită (criptomartensită sau martensită "fără structură"). In stare revenită (hardenită şi carburi foarte fine) oţelul rapid Rp3 are duritate maximă şi rezistenţă mare la uzură, proprietăţi care îl fac apt pentru aşchierea rapidă.

18

STRUCTURA ALIAJELOR DE CUPRU

18.1. CUPRUL

Cuprul rafinat termic, cel obţinut pe cale electrolitică sau prin turnare continuă, conţine 99,5 - 99,98 % Cu şi este clasificat după STAS 270/1-88.

Impurităţile (Pb,S,Se,Fe,Bi,O - care scad rezistenţa mecanică şi As,P,Ni,Fe,Mn,Si - care o ridică) micşorează conductivitatea electrică, mai ales cele care formează soluţii solide (P,Si, As,Fe).

Impurităţile cele mai dăunătoare sînt bismutul şi plumbul. Acestea nu se dizolvă în cupru şi formează eutectice uşor fuzibile compuse din bismut, respectiv plumb, aproape pure. Bismutul sau plumbul cristalizează ultimele la 270, respectiv 327°C, se aşază în jurul grăunţilor de cupru. Prin încălzirea cuprului peste aceste temperaturi se provoacă topirea acestor impurităţi, fragilitate la roşu şi deci crăpături la forjare şi laminare.

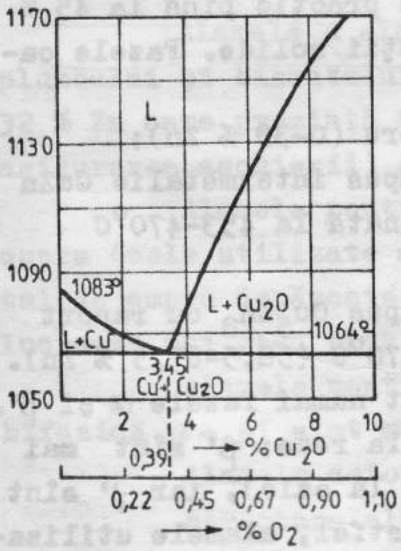


Fig.18.1. Diagrama Cu-O (parţial)

Cuprul metalurgic conţine oxigen sub formă de oxid de cupru Cu_2O, care formează un eutectic $Cu-Cu_2O$ bogat în cupru, conţinînd 0,39 % O_2 (fig.18.1). Cu sulful se formează în mod analog un eutectic $Cu-Cu_2S$, conţinînd 0,77 % S. Eutecticele se topesc însă la temperaturi mari. Cu_2O şi Cu_2S apar în structură ca incluziuni globulare izolate.

In fig.18.2 se vede un cupru cu reţea de eutectic globular (aliaj $Cu-Cu_2O$ hipoeutectic, conţinînd 0,08 % O_2). Cuprul trebuie să fie cît mai bine dezoxidat, deoarece coroziunea, uscată sau umedă, progresează rapid în lungul reţelei de oxizi globulari.

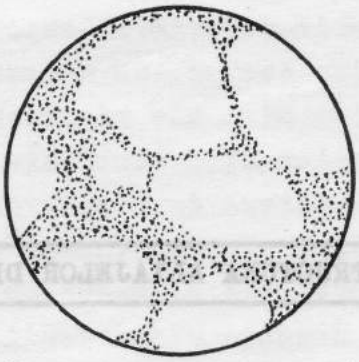


Fig. 18.2. Cupru cu rețea de eutectic Cu - Cu_2O (0,08 % O_2). 200:1

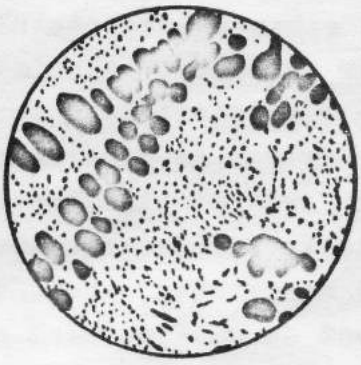


Fig.18.3. Cu_2O și eutectic Cu-Cu_2O (0,50 % O_2). 200:1

Un cupru bogat în oxigen (aliaj hipereutectic conținînd 0,50 % O_2) apare în fig.18.3. Se observă formații globulare mari de Cu_2O (cristale primare) în masa eutectică.

Cuprul ecruisat devine din nou moale prin recoacere la 600-800°C și răcire bruscă. Cuprul recopt are cristale mari poligonale, cu macle caracteristice (fig.18.4).

Fig.18.4. Cupru laminat și recopt (800°C). Macle. 150:1

18.2. ALIAJELE CUPRU-ZINC

Alamele, aliaje cupru-zinc, conțin practic pînă la 45 % Zn. In diagrama Cu-Zn (fig.18.5) apar 6 soluții solide. Fazele care intersectează practic sînt:

α - soluție solidă de zinc în cupru (0-39 % Zn);

β' - soluție solidă pe bază de compus intermetalic CuZn cu raport electronic $\frac{3}{2}$, ordonată la 453-470°C (45,5-50 % Zn);

γ' - soluție solidă pe bază de compus Cu_5Zn_8 cu raport electronic $\frac{21}{13}$, ordonată la 270°C (58,5-67,5 % Zn).

In alamele tehnice, importante sînt numai fazele α și β'. Cristalele α sînt moi și se pot prelucra și la rece; β' sînt mai dure (alamele care le conțin se pot prelucra la cald), iar γ' sînt casante, făcînd alamele de neîntrebuințat. Astfel, alamele utilizate vor fi:

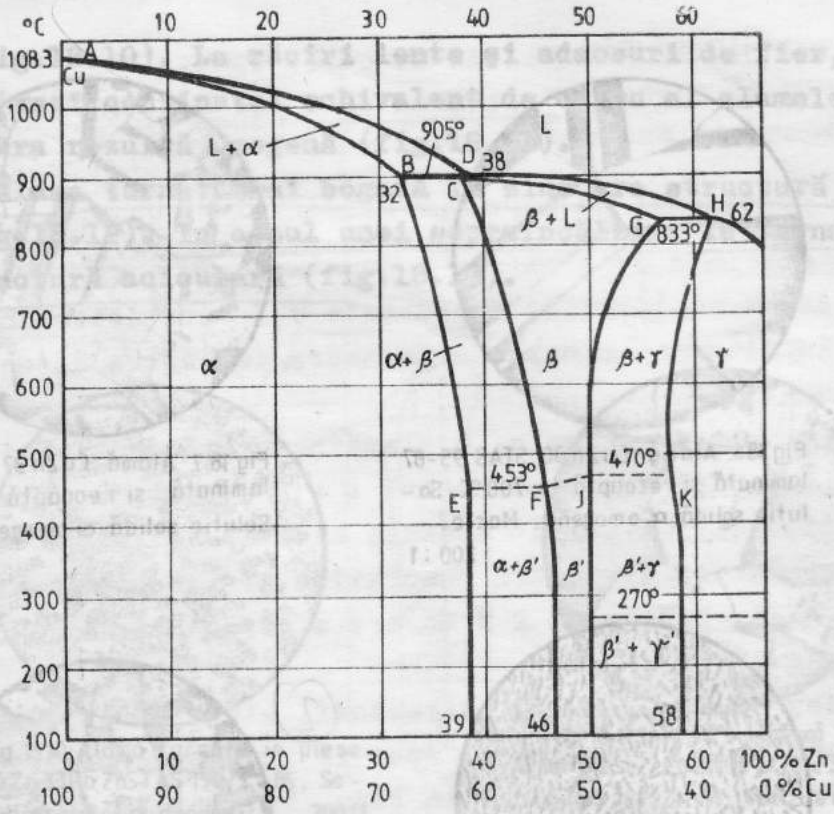


Fig.18.5. Diagrama Cu-Zn

- monofazice α (mai plastice);
- bifazice $\alpha + \beta'$ (mai rezistente).

La apariţia fazei γ', alungirea, rezistenţa şi rezilienţa scad sensibil.

18.2.1. Alame deformabile

Alamele α sînt mai puţin plastice la 300-700°C datorită plumbului şi bismutului; se prelucrează la rece. Cele cu peste 32 % Zn care prezintă transformări fazice pot avea plumb (pentru asigurarea aşchierii) şi se prelucrează la cald.

Alamele pentru prelucrare la rece conţin deci mai mult cupru (cele utilizate au 63-67 % Cu sau 70-72 % Cu). Dacă conţinutul de cupru depăşeşte 80 % ele sînt foarte maleabile, însă se prelucrează mai greu prin aşchiere.

Alamele pentru forjare şi presare la cald cu structură bifazică $\alpha + \beta'$ sînt mai bogate în zinc (58-63 % Cu).

Alamele deformabile sînt date în STAS 95-87.

Structura alamelor laminate şi recoapte constă din cristale α omogene, cu grăunţi regulaţi şi macle (fig.18.6 şi 18.7). Laminarea urmată de recoacere a înlocuit scheletul dendritic de la solidificare cu un nou edificiu cristalin omogen.

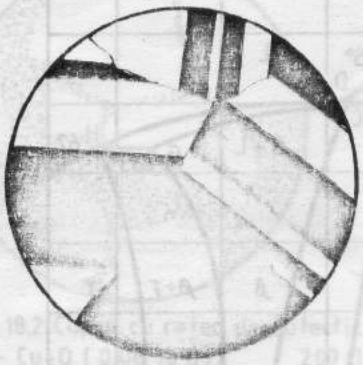


Fig.18.6. Alamă CuZn 30 STAS 95-87 laminată și recoaptă la 700 °C. Soluție solidă α omogenă. Macle. 200 : 1

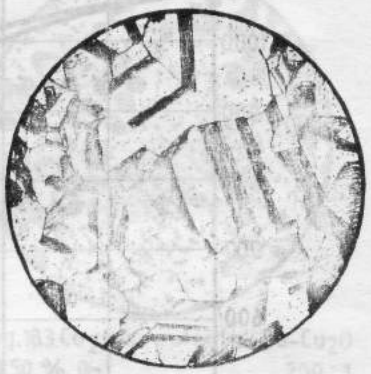


Fig.18.7. Alamă CuZn 37 STAS 95-87 laminată și recoaptă la 700 °C. Soluție solidă α omogenă. Macle. 200 : 1

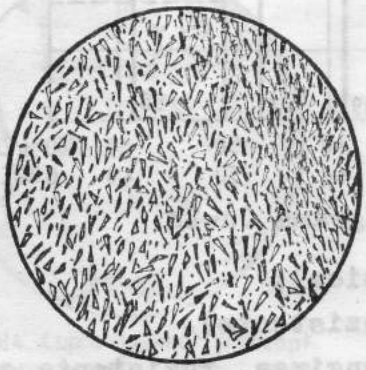


Fig.18.8. Alamă CuZn 37 laminată, călită de la 850°C în apă. Structură $\alpha + \beta$. 200 : 1

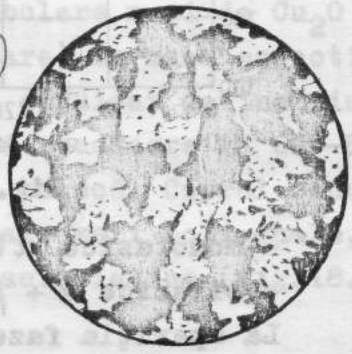


Fig.18.9. Alamă CuZn 39 Pb 2 STAS 95-87 presată la cald. Structură $\alpha + \beta'$. 200 : 1

Prin călire în apă alama laminată obține o structură fin grăunțoasă (fig.18.8).

Alamele $\alpha + \beta'$ au constituentul β' bogat în zinc, de culoare închisă (la atac cu clorură de cupru amoniacală); el există în alamele presate la cald (fig.18.9).

18.2.2. Alame de turnătorie

Aliajele cupru-zinc turnate în piese sînt date în STAS 199/2-86. Ele se toarnă în forme de nisip, în cochilie, centrifugal sau sub presiune.

Deoarece liniile lichidus și solidus sînt foarte apropiate, alamele au tendință redusă de a forma segregații, dau la solidificare retasură concentrată și su fluiditate bună.

Cristalele α pot rezulta neomogene, cu structură fină dendritică, în special la răciri insuficient de lente ale piesei

turnate (fig.18.10). La răciri lente şi adaosuri de fier, aluminiu şi mangan (vezi conţinutul echivalent de cupru al alamelor speciale) structura rezultă omogenă (fig.18.11).

Alama turnată mai bogată în zinc are structură bifazică $\alpha + \beta'$ (fig.18.12). In cazul unei supraîncălziri la turnare se obţine o structură aciculară (fig.18.13).

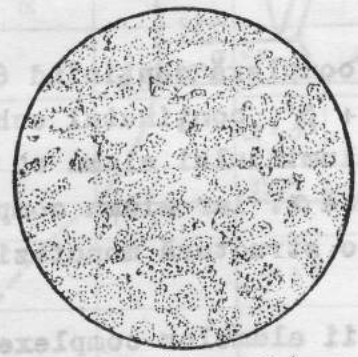


Fig.18.10. Alamă turnată în piese CuZn33Pb2TSTAS 199/2 - 86. Soluţie solidă α dendritică. 200:1

Fig.18.11. Alamă complexă turnată în piese CuZn30AlSFe3Mn2T STAS 199/2 - 86. Cupru echivalent 53%. Cristale omogene β'. 200:1

Fig.18.12. Alamă turnată CuZn38Pb2Mn2T STAS 199/2 - 86. Structură $\alpha + \beta'$. 150:1

Fig.18.13. Alamă CuZn33Pb2T supraîncălzită la turnare. Structură aciculară. 200:1

18.2.3. Alame speciale

Aceste alame conţin în afară de cupru şi zinc, alte elemente care îmbunătăţesc rezistenţa la coroziune şi la uzare. Aceste elemente (1-4 %) influenţează structura rezultată, înlocuind parţial zincul. Efectul a 1 % element corespunde după Guillet la t % Zn, t fiind coeficientul de echivalare care este:

Ni=-1,3; Mn=0,5; Fe=0,9; Pb=1; Sn=2; Al=6; Si=10

Conţinutul echivalent de cupru va fi:

$$X = \frac{100\ Cu}{100 + a(t-1)}\ [\%Cu]$$

unde: Cu = conţinutul de cupru al aliajului [%];

a = procente de element adăugate.

Acest conţinut de cupru este cel care determină structura alamei în diagrama binară Cu-Zn, spre deosebire de cel real, determinat analitic.

Astfel, de exemplu, o alamă complexă conţinînd 67 % Cu, 30 % Zn şi 1,9 % Al are o structură $\alpha + \beta'$, conţinutul echivalent de cupru fiind 61,5 % Cu. In absenţa aluminiului alama cu 67 % Cu ar putea prezenta o structură monofazică α. Iar alama complexă cu 66 % Cu, 5 % Al, 3 % Fe şi 2 % Mn are o structură monofazică β în loc de α (fig.18.11).

Aspectul general al structurii alamelor complexe se menţine acelaşi ca la cele binare. Apar în plus precipitări fine de compuşi intermetalici (de exemplu $FeZn_7$ în alamele cu fier şi aluminiu) sau reţea de Cu_3Sn (în alamele cu staniu).

18.3. ALIAJELE CUPRU-STANIU

Bronzurile cu staniu industriale, conţin pînă la 25 % Sn. Din diagrama Cu-Sn în care apar 7 soluţii solide (4 pe bază de compuşi electronici) interesează practic, deci numai partea bogată în cupru (fig.18.14) respectiv fazele:

α - soluţie de staniu în cupru;

β - soluţie pe bază de Cu_5Sn (raport electronic $\frac{3}{2}$);

δ - compusul $Cu_{31}Sn_8$ (raport $\frac{21}{13}$);

ε - compusul Cu_3Sn (raport $(\frac{7}{4})$.

La 586°C, $\beta \rightarrow \alpha + \gamma$ (eutectoid), iar soluţia solidă se descompune la 520°C într-un eutectoid format din $\alpha + \delta$ care conţine 26,8 % Sn. Prin scăderea temperaturii faza δ suferă de asemenea o descompunere eutectoidă la 350°C: $\delta \rightarrow \alpha + \varepsilon$. Acest din urmă proces se produce însă cu o viteză de transformare atît de mică, încît în condiţiile de răcire obişnuite (chiar după recoacere) formarea eutectoidului $\alpha + \varepsilon$ nu se produce practic în bronzurile tehnice.

Bronzurile cu staniu utilizate vor fi deci:

- monofazice (α);
- bifazice ($\alpha + \delta$) avînd constituenţi α + eutectoid ($\alpha + \delta$).

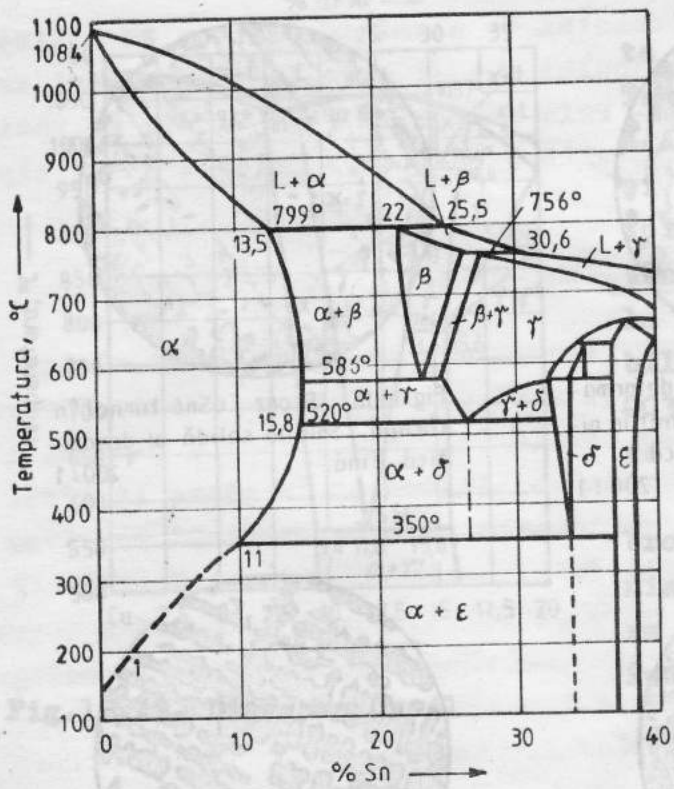


Fig.18.14. Diagrama Cu-Sn

In cazul bronzurilor α, structura de echilibru - conform diagramei - se poate realiza numai prin răcire foarte lentă. Practic în bronzurile cu peste 5 % Sn apare deja eutectoidul $\alpha + \delta$. Această abatere de la structura de echilibru se explică pe de o parte prin cristalizarea în afară de echilibru (interval mare de solidificare, diferenţă mare între compoziţia fazei lichide şi celei solide şi deci omogenizarea imposibilă), pe de altă parte prin existenţa unei solubilităţi variabile în stare solidă.

Bronzurile deformabile au structură α omogenă în stare laminată şi recoaptă, asemănătoare alamelor. Sînt date în STAS 93-80.

Bronzurile turnate în piese conţin mai mult staniu (10-20 % Sn) şi au o structură $\alpha + \delta$. Se utilizează ca aliaje antifricţiune pentru lagăre, cristalele α constituind baza moale, iar eutectoidul $\alpha + \delta$, bogat în staniu, constituentul dur. Calităţile standardizate sînt date în STAS 197/2-83. In bronzurile cu staniu-zinc sau în cele cu staniu-zinc-plumb staniul este parţial înlocuit cu zinc.

Bronzurile sînt fluide, se toarnă bine, însă spre deosebire de alame au o puternică tendinţă la formare de segregaţii datorită intervalului mare de solidificare. Astfel bronzul cu un conţinut mai scăzut de staniu prezintă o structură de soluţie α neomogenă, dendritică, grosolană la turnarea în nisip (fig.18.15) şi mai fină la turnarea în cochilă (fig.18.16). 3

La conţinuturi mai mari de staniu, în bronzurile de turnătorie, în afară de soluţia α omogenă, apare eutectoidul globular $\alpha + \delta$ de culoare deschisă, fiind mai greu atacat de clorura cuprică amoniacală (fig.18.17). 4

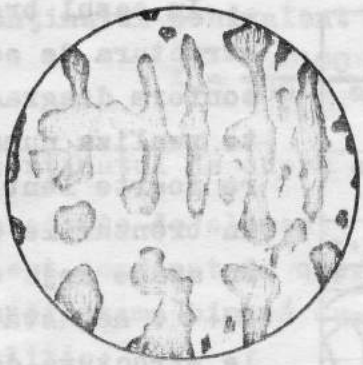


Fig. 18.15. Bronz cu staniu deformabil CuSn6 STAS 93-80 turnat în nisip. Soluție solidă dendritică. 200 : 1

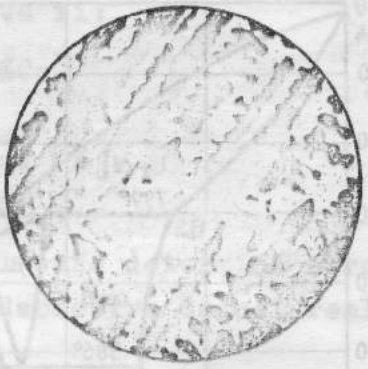


Fig. 18.16. Bronz CuSn6 turnat în cochilă. Soluție solidă α dendritică fină. 200 : 1

Fig. 18.17. Bronz CuSn10 STAS 197/2-83 turnat. Soluție solidă α omogenă și eutectoid $\alpha + \delta$. 200 : 1

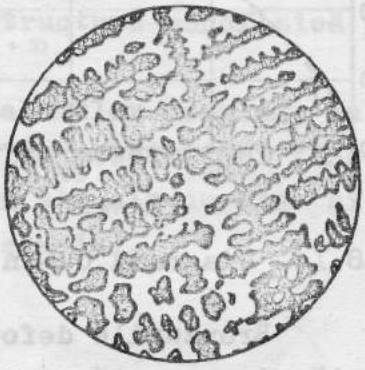


Fig. 18.18. Bronz CuSn6Zn4Pb4 STAS 197/2-83 turnat. Soluție solidă α dendritică. 200 : 1

Călirea bronzurilor bifazice este analoagă călirii oțelurilor; ea se execută de la peste 600°C și împiedică transformarea eutectoidă, dînd o structură acicular de tip martensitic.

Bronzurile cu staniu-zinc au structura analoagă bronzurilor cu staniu, ținîndu-se cont de influența zincului asupra conținutului echivalent de cupru (fig.18.18).

18.4. ALIAJELE CUPRU-ALUMINIU

Aliajele cupru-aluminiu bogate în cupru, cunoscute și sub numele de bronzuri de aluminiu, conțin 5-10 % Al și au proprietăți mecanice și tehnologice mai ridicate (interval redus de solidificare, fluiditate bună și retasură concentrată), o mult mai mare rezistență la coroziune. Se utilizează și bronzuri de aluminiu complexe, cu adaosuri de mangan, fier, nichel.

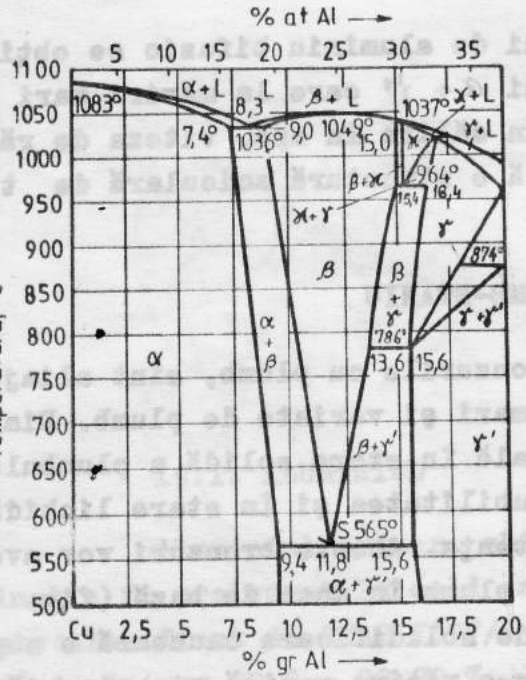


Fig.18.19. Diagrama Cu-Al

Diagrama Cu-Al (fig.18.19) este asemănătoare cu diagrama Cu-Sn. Tehnic interesează faza α (0-9,4 % Al) din bronzurile monofazice şi bronzurile bifazice α + eutectoid ($\alpha + \gamma'$), eutectoidul rezultînd din descompunerea fazei β la 565°C. Aliajele Cu-Al deformabile sînt specificate în STAS 203-80, iar cele turnate în piese în STAS 198/2-81.

In fig.18.20 se vede structura bronzului Cu-Al 10 Mn 7 turnat în nisip. Cristalele α sînt de culoare deschisă, iar eutectoidul brun închis.

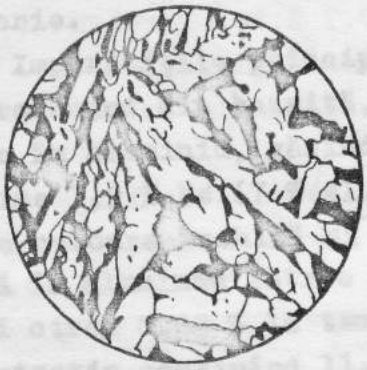


Fig. 18.20. Bronz cu aluminiu CuAl10MnT STAS 198/2 - 81 turnat în nisip. Soluţie solidă α şi eutectoid α + γ'. 200:1

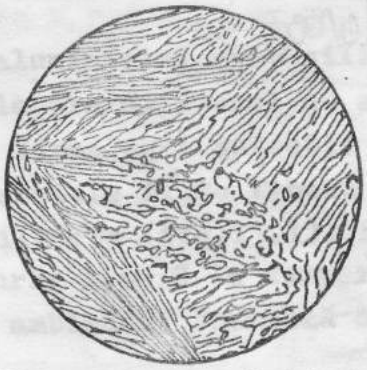


Fig. 18.21. Bronz cu aluminiu CuAl10Fe3 STAS 203-80 recopt la 550°C. Eutectoid lamelar α + γ'. 500:1

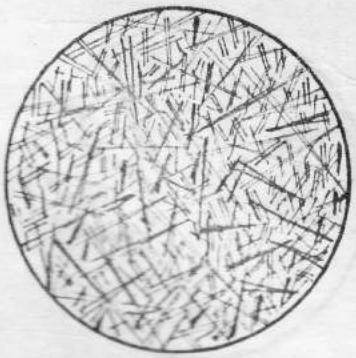


Fig. 18.22. Bronz cu aluminiu CuAl10Fe3. Călit în apă de la 900°C. Structură acicular de tip martensitic. 100 : 1

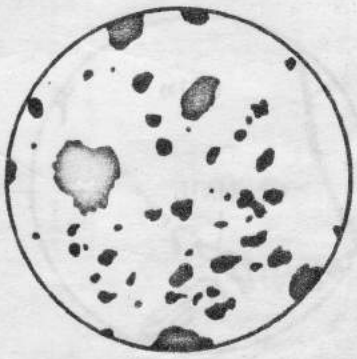


Fig. 18.23. Bronz cu plumb CuPb10Sn10 STAS 1512 - 88. Soluţie solidă Cu-Sn şi plumb. 100 : 1

Prin recoacerea bronzului de aluminiu bifazic se obţine o structură lamelară a eutecticului $\alpha + \gamma'$ care la măriri mari are aspectul perlitei (fig.18.21). Prin călire în apă, viteza de răcire depăşind pe cea critică, rezultă o structură aciculară de tip martensitic (fig.18.22).

18.5. ALIAJELE CUPRU-PLUMB-STANIU

Aliajele cupru-plumb, bronzurile cu plumb, sînt aliaje antifricţiune conţinînd cantităţi mari şi variate de plumb. Diagrama Cu-Pb arată insolubilitatea totală în stare solidă a plumbului în cupru, iar peste 36 % Pb, insolubilitatea şi în stare lichidă. Adaosul de 3-10 % Sn măreşte rezistenţa. Aceste bronzuri vor avea o structură cu grăunţi separaţi de plumb în masa de bază (fig. 18.23). Intervalul extrem de mare de solidificare cauzează o segregare puternică ce se combate printr-o răcire rapidă şi prin adăugare de nichel.

Mera

19

STRUCTURA ALIAJELOR DE ALUMINIU STRUCTURA ALIAJELOR DE STANIU SI DE PLUMB

19.1. ALUMINIUL

Aluminiul primar, obţinut pe cale electrolitică şi destinat a fi prelucrat la cald sau la rece prin turnare şi deformare este clasificat de STAS 7607/1-80 în aluminiu de înaltă puritate, avînd minimum 99,9 - 99,99 % Al şi aluminiu tehnic cu minimum 99,0-99,8 % Al. Aluminiul tehnic mai pur se utilizează pentru aliaje deformabile de calitate, iar cel mai puţin pur în aliaje obişnuite de turnătorie.

Impurităţile principale ale aluminiului sînt siliciul şi fierul, provenind din bauxită, de la elaborare. Fierul nu se dizolvă practic în aluminiu, găsindu-se sub forma unui eutectic $Al+Al_3Fe$ care conţine 1,9 % Fe (7 % Al_3Fe). Cristalele Al_3Fe libere sînt acicular, de culoare închisă şi dau fragilitate (fig.19.1). Siliciul se dizolvă în aluminiu într-o mică măsură: 1,65 % la temperatura eutectică şi circa 0,05 % la temperatura ambiantă. Formează cu aluminiul un eutectic conţinînd 11,7 % Si.

In structura aluminiului şi aliajelor sale impurităţile apar şi sub forma de faze ternare α(AlFeSi) şi β(AlFeSi) care măresc fragilitatea (fig.19.2, 19.3 şi 19.4).

Fig. 19.1. Aluminiu cu 0,5 % Fe şi 0,2 % Si. Ace de Al_3Fe. 200:1

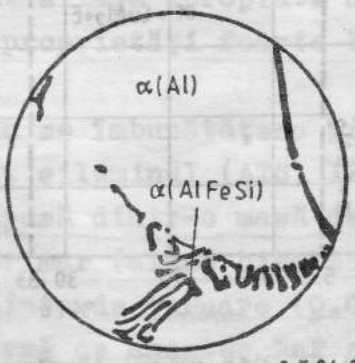


Fig. 19.2. Aluminiu cu 0,5 % Si şi 0,3 % Fe. Eutectic Al + α(AlFeSi). 200:1

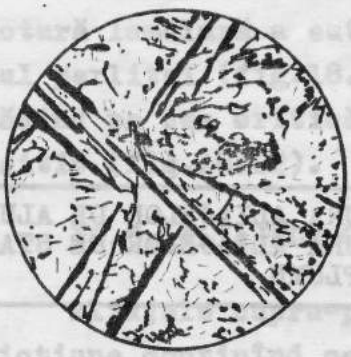


Fig. 19.3 Aliaj AT Si 12 STAS 201/2-80 nemodificat cu mult fier. Ace de β (Al FeSi). 200:1

Fig. 19.4 Aliaj AT Si 12 nemodificat. Eutectic Al + α (AlFeSi) 200:1

19.2. ALIAJE ALUMINIU-CUPRU SI COMPLEXE

Aliajele deformabile aluminiu-cupru (STAS 7608-88) conţinînd şi alte elemente (Mg,Mn,Si,Ni,Ti) sînt cunoscute sub numele de duralumin şi sînt aliaje care se durifică prin tratament termic. Duraluminul obişnuit AlCu 4 MgMn conţine 3,8-4,8 % Cu; 0,4-0,8 %Mg; 0,4-0,8 % Mn; sub 0,7 % Si şi sub 0,7 % Fe. Duraluminurile cu un conţinut mai ridicat de cupru, magneziu şi mangan au o rezistenţă mai mare, iar cele cu conţinut mai redus din aceste elemente au o plasticitate mai mare.

In diagrama Al-Cu (fig.19.5) aceste aliaje corespund domeniului soluţiei solide α, putînd deveni monofazice prin încălzire.

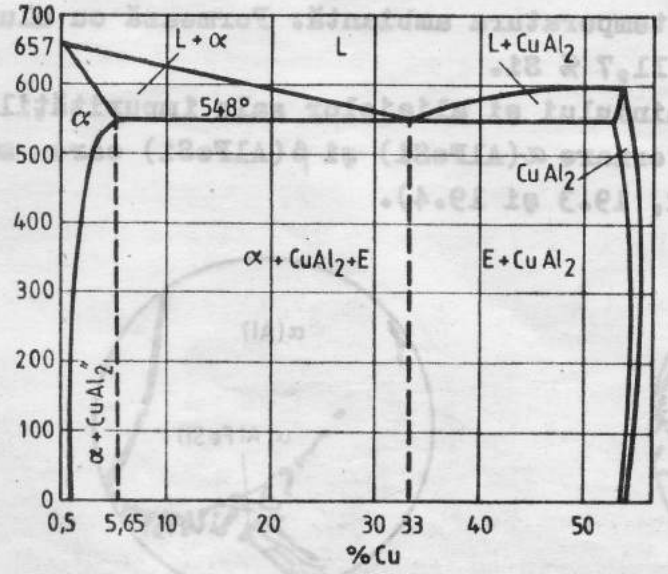


Fig.19.5. Diagrama Al-Cu

Aliajele aluminiu-cupru turnate în piese (STAS 201/2-80) au un conţinut mai ridicat de cupru, majoritatea fiind hipoeutectice, prezenţa eutecticului $\alpha + Al_2Cu$ îmbunătăţind proprietăţile de turnare. Cele mai utilizate conţin 8-12 % Cu. Ele se tratează termic (călire urmată de îmbătrînire artificială, tratament cu efect mai redus ca la cele deformabile), încălzirea avînd în acelaşi timp şi rol de recoacere de omogenizare a compoziţiei. Aliajele complexe conţin şi Mg, Si, Ni, Ti.

In fig.19.6 este arătată structura unui aliaj ATN Cu 4 turnat în nisip, prezentînd reţeaua constituentului Al_2Cu în soluţie solidă. După omogenizare la 500°C şi călire în apă structura constă din soluţia solidă α suprasaturată, cu mici incluziuni de Al_2Cu şi Al_3Ti, în cazul prezenţei titanului (fig.19.7).

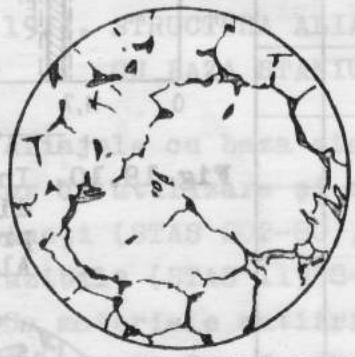


Fig. 19.6. Aliaj ATNCu4 STAS 201/2-80. Reţea de Al_2Cu în soluţie solidă. 100 : 1

Fig. 19.7. Aliaj ATNCu4. Călit. Urme de Al_2Cu în soluţie solidă. 100 : 1

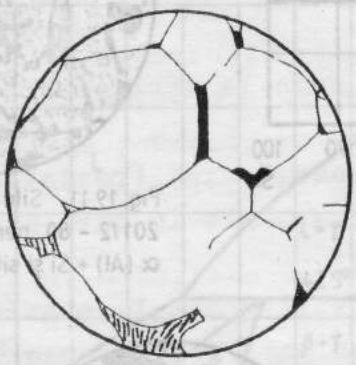


Fig. 19.8. Zone de eutectic Al - Al_2Cu în soluţie solidă. 200 : 1

In cazul unei supraîncălziri la tratamentul termic apar zone de eutectic Al-Al_2Cu, care a ajuns în parte topit şi formînd cavităţi de ardere care se disting uşor de microretasuri prin forma şi aşezarea lor la limitele grăunţilor (fig.19.8).

19.3. ALIAJE ALUMINIU-SILICIU SI COMPLEXE

Aliajele binare Al-Si (siluminuri) sînt aliaje specifice pentru turnătorie. In general ele sînt aliaje apropiate de eutecticul diagramei Al-Si (fig.19.9), cu proprietăţi foarte bune de turnare însă cu rezistenţă redusă.

Proprietăţile acestor aliaje nu se îmbunătăţesc prin tratament termic ci prin modificare. Astfel, siluminul (ATSi 12) cu 12-13 % Si (fig.19.10) are structura compusă dintr-o masă de bază eutectică Al+Si şi cristale de siliciu primar (aliaj hipereutectic, fig.19.11). Prin modificare cu sodiu înainte de turnare (0,08 - 0,12 % Na din greutatea aliajului sub formă de amestec NaF şi NaCl) se întîrzie cristalizarea primară a siliciului, iar temperatura

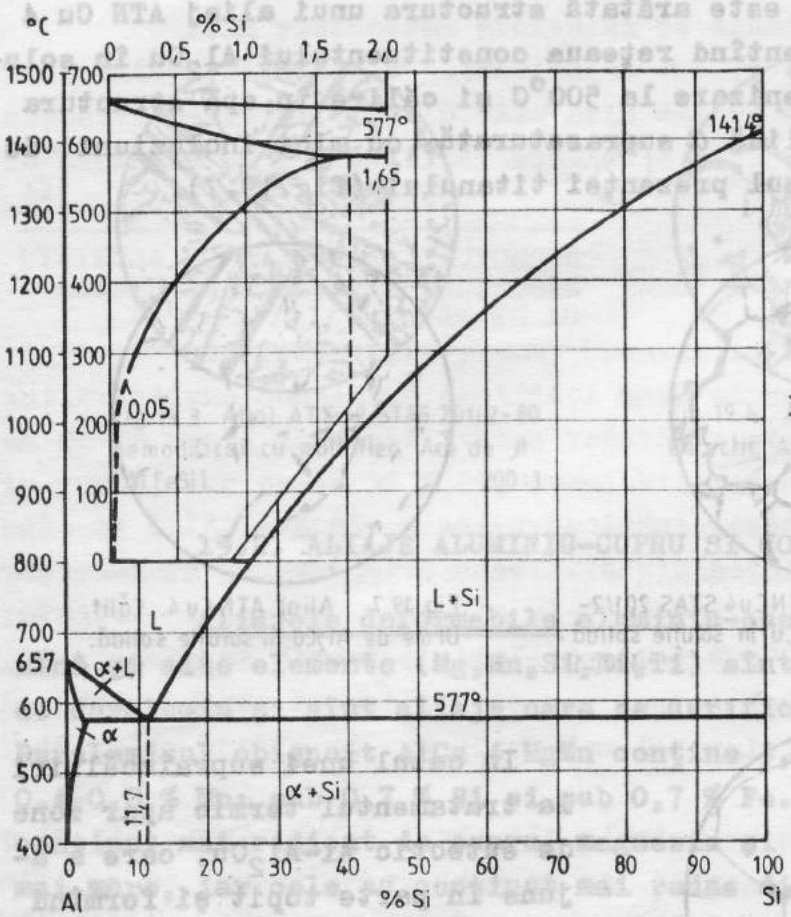


Fig.19.9. Diagrama Al-Si

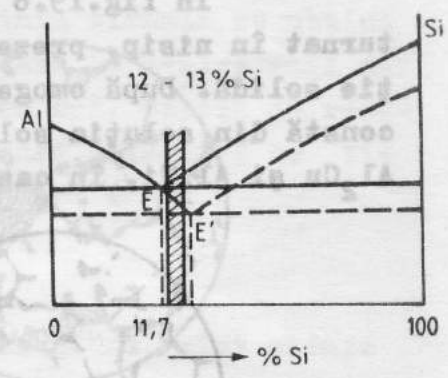


Fig.19.10. Influenţa modificării asupra diagramei Al-Si

Fig. 19.11. Silumin AT Si 12 STAS 201/2 - 80 nemodificat. Eutectic α (Al) + Si şi siliciu primar. 200 : 1

Fig. 19.12. Silumin AT Si 12 modificat. Soluţie solidă α(Al) + eutectic α(Al) + Si. 200 : 1

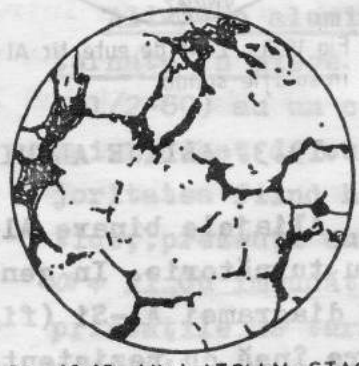


Fig. 19.13. Aliaj AT Si 4 Mg STAS 201/2 - 80. Reţea de eutectic Al-Si pe fond de soluţie solidă. 200 : 1

lui de separare şi temperatura eutectică coboară. Aliajul devine hipoeutectic, structura prezentînd formaţii primare dendritice de culoare deschisă pe fond eutectic globular fin (fig.19.12).

Aliajele Al-Si complexe (Al-Si-Cu, Al-Si-Mg etc.) sînt în general hipoeutectice. In fig.19.13 este arătată structura unui astfel de aliaj, conţinînd 4 % Si şi 2 % Mg. Prin modificare (tratare cu sodiu) faza de siliciu aciculară din eutectic devine globulară.

19.4. STRUCTURA ALIAJELOR ANTIFRICTIUNE CU BAZA STANIU SI PLUMB

Aliajele cu baza staniu şi plumb se împart în funcţie de domeniul lor de utilizare şi compoziţie în aliaje antifricţiune pentru cuzineţi (STAS 202-80), aliaje de lipit (STAS 96-87) şi aliaje uşor fuzibile (STAS 11958-84).

Ca materiale antifricţiune pentru cuzineţi se utilizează aliaje Sn-Sb, Sn-Sb-Cu, Sn-Sb-Pb, Pb-Sb, Pb-Sn, Pb-Sn-Sb, Pb-Sn-Sb-Cu şi Pb - metale alcalino pămîntoase.

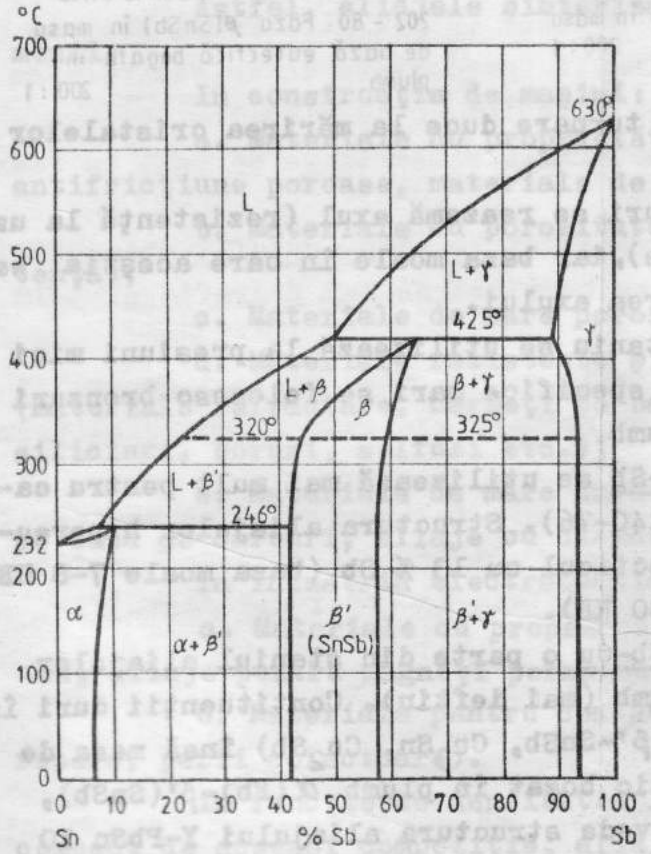


Fig.19.14. Diagrama Sn-Sb

Aliajele Sn-Sb folosite în tehnică, conţin 8-18 % Sb şi sînt bifazice (fig.19.14): α - soluţie solidă pe bază de staniu şi β' - soluţie solidă pe bază de compus intermetalic SnSb (constituentul dur).

Aliajele Sn-Sb-Cu cunoscute şi sub numele de compoziţii de lagăre sau babbit au cele mai bune proprietăţi antifricţiune. Adaosul de cupru formează faza dură Cu_3Sn (100 HB), care împiedecă segregaţia datorită greutăţii specifice mai mici a cristalelor dure SnSb, în partea de sus a piesei turnate.

Structura celui mai utilizat dintre aceste aliaje, Y-Sn 83 (STAS 202-80) care conţine 83 % Sn, 11 % Sb şi 6 % Cu este formată din (fig.19.15):

- soluţie solidă de staniu cu stibiu şi cupru (real un eutectic ternar foarte bogat în staniu), care este baza moale de

culoare închisă şi care se topeşte la circa 237°C;

SnSb - cristale mari, pătratice de obicei în secţiune (cristale tabulare) de culoare deschisă, cu temperatura de topire 273°C (constituent dur);

Cu_3Sn - cristale mici şi aciculare de culoare deschisă care se topesc la 375°C (constituent dur).

Fig. 19.15. Aliaj Y-Sn83 STAS 202-80. Fazele β'(SnSb) şi Cu_3Sn în masa de bază bogată în staniu. 200 : 1

Fig. 19.16 Aliaj Y-PbSn10 STAS 202-80. Faza β'(SnSb) în masa de bază eutectică bogată în plumb. 200 : 1

Supraîncălzirea la turnare duce la mărirea cristalelor şi înrăutăţirea calităţii.

Pe constituenţii duri se reazemă axul (rezistenţă la uzare, coeficient mic de frecare), iar baza moale în care aceştia se împlîntă serveşte la acomodarea axului.

Aliajele cu baza staniu se utilizează la presiuni mici şi turaţii mari; la presiuni specifice mari se folosesc bronzuri cu staniu sau bronzuri cu plumb.

Aliajele binare Pb-Sb se utilizează mai mult pentru caractere tipografice (STAS 4440-76). Structura aliajelor hipereutectice este formată din eutecticul cu 13 % Sb (baza moale 7-8 HB) şi cristale dure de stibiu (30 HB).

In aliajele Pb-Sn-Sb-Cu o parte din staniul aliajelor Sn-Sb-Cu este înlocuit cu plumb (mai ieftin). Contituenţii duri în aceste aliaje rămîn aceiaşi (β'-SnSb, Cu_3Sn, Cu_2Sb) însă masa de bază va fi formată din eutectic bogat în plumb α(Pb)-β'(SnSb), α(Pb)-δ(Sn). In fig.19.16 se vede structura aliajului Y-PbSn 10 conţinînd 15,5% Sb, 10 % Sn, 1 % Cu, restul plumb.

Aliajele plumb-metale alcalino-pămîntoase au baza plumb (circa 98 %) la care se adaugă Na,K,Li,Ba,Ca şi Mg. Se formează compuşi intermetalici ca: Pb_3Ca, PbCa, Pb_3Na etc., care, în stare dispersă, măresc duritatea. Astfel este aliajul Y-Pb 98 utilizat la calea ferată.

20

STRUCTURA ALIAJELOR SINTERIZATE DIN PULBERI METALICE

Materialele şi piesele realizate prin procedeele metalurgiei pulberilor, pot fi clasificate în funcţie de natura componentului de bază, de densitatea lor în comparaţie cu cea a materialului compact elaborat prin topire, de proprietăţile fizico-chimice care le determină anumite domenii de utilizare în construcţia de maşini sau în industria electrotehnică.

Astfel, aliajele sinterizate se aplică în următoarele domenii:

In construcţia de maşini:

a. Materiale cu proprietăţi de frecare impuse (materiale antifricţiune poroase, materiale de fricţiune);

b. Materiale cu porozitatea redusă (pentru piese de rezistenţă);

c. Materiale de mare porozitate (pentru filtre);

d. Materiale rezistente şi stabile la temperaturi înalte (materiale refractare, cermeţi pe bază de oxizi, carburi, nitruri, siliciuri, boruri, sulfuri etc.);

e. Materiale de mare duritate pentru scule (aliaje dure pe bază de carburi, aliaje cu diamante etc.).

In industria electrotehnică:

a. Materiale cu proprietăţi magnetice (aliaje magnetice moi, aliaje pentru magneţi permanenţi, ferite etc.);

b. Materiale pentru contacte electrice (contacte de întrerupere, perii colectoare).

In funcţie de densitatea lor, în comparaţie cu materialul compact de aceeaşi compoziţie, aliajele sinterizate se împart în:

- aliaje de mare porozitate (circa 50 %) utilizate pentru filtre;
- aliaje poroase pentru lagăre cu o porozitate de 20-30%;
- aliaje sinterizate compacte, cu o porozitate sub 10 %, utilizate ca piese de rezistenţă în construcţia de maşini.

In timp ce piesele de rezistenţă mai redusă se obţin prin procedee simple (presare a pulberilor - sinterizare sau presare - sinterizare - calibrare), piesele de mare rezistenţă rezultă din procedee tehnologice constînd din mai multe presări şi sinterizări, presare la cald, presare izostatică, deformare la cald după sinterizare, infiltrare cu un metal cu punct de fuziune mai scăzut, tratamente termice, tratamente de suprafaţă.

In cele ce urmează se vor aminti succint categoriile de aliaje sinterizate mai importante, dîndu-se cîteva exemple de structuri.

20.1. MATERIALE ANTIFRICTIUNE POROASE

Prin procesul tehnologic de confecţionare a lagărelor poroase şi datorită naturii şi granulaţiei pulberilor utilizate, se obţin piese cu o porozitate care poate fi larg reglată atît cantitativ cît şi ca dimensiuni ale porilor (fig.20.1). Porii trebuie să fie în cea mai mare parte legaţi (porozitate deschisă), pentru a se asigura ungerea proprie prin îmbibarea cu ulei.

Cele mai utilizate materiale sinterizate pe bază de fier sînt:

- materialele Fe - grafit şi Fe - Cu - grafit obişnuite, cu o porozitate de 20-30 % şi un conţinut de 1-3 % grafit şi 3-10 % Cu;
- materialele Fe - grafit cu conţinut ridicat de grafit (5-25 % grafit), cu o porozitate redusă, grafitul avînd rolul principal de lubrifiant.

Structura acestor aliaje este ferito-perlitică sau perlitică (pînă la 1 % carbon legat), în masa de bază existînd grafit (carbon liber), pori şi o mică cantitate de oxizi nereduşi (fig. 20.2 şi 20.3).

Procesul de difuzie a carbonului în fier este influenţat de procentajul de grafit adăugat, de temperatura şi de durata sinterizării. In general, la peste 2 % grafit poate apare în structură cementită liberă, în reţea incompletă sau aglomerări (fig.20.4).

Adăugarea cuprului măreşte rezistenţa şi în acelaşi timp împiedică într-o anumită măsură formarea cementitei libere.

In fig.20.5 este arătată structura unui material Fe-Cu-grafit presinterizat o oră la 800°C (ferită, cupru, grafit şi pori), iar în fig.20.3 acelaşi material după sinterizarea finală 45 minute la 1100°C (perlită, reţea de ferită, grafit şi pori).

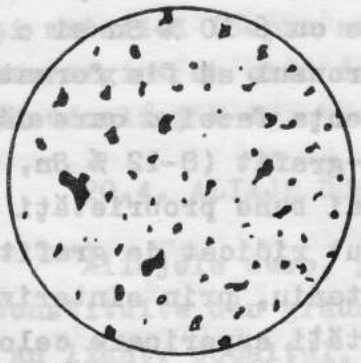


Fig. 20.1. Fier cu 2% grafit; 6 tf/cm^2, 1050°C - 30 min. Pd = 26%, 60 HB. Neatacat. Grafit și pori. 200 : 1

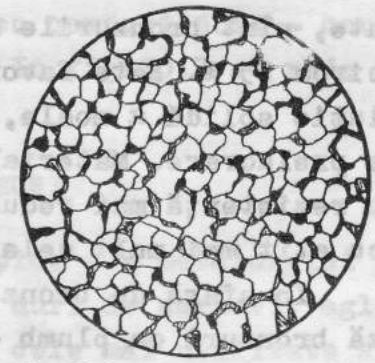


Fig. 20.2. Fier cu 2% grafit și 3% Cu; 6 tf/cm^2, 1050 °C - 30 min. Pd = 20%, 66 HB. Ferită + perlită, grafit și pori. 200 : 1

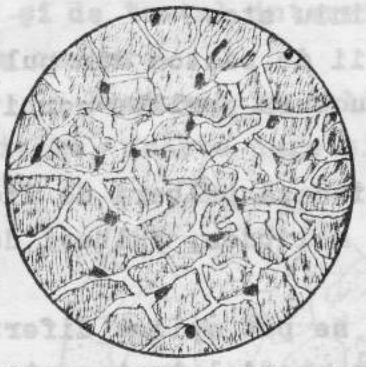


Fig. 20.3. Fier cu 2% grafit și 4% Cu; 6 tf/cm^2, 1100 °C - 45 min Pd = 15%, 100 HB. Perlită + ferită în rețea. 200 : 1

Fig. 20.4. Fier cu 4% grafit; 6 tf/cm^2, 1100 °C - 60 min. Pd = 15%, 120 HB. Perlită cu rețea și aglomerări de cementită. 300 : 1

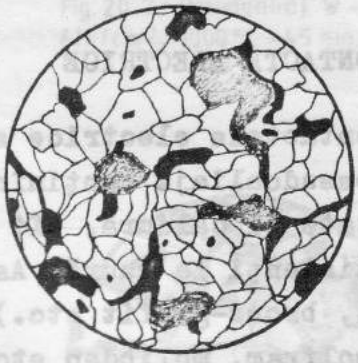


Fig. 20.5. Fier cu 2% grafit și 4% Cu; 6 tf/cm^2, 800 °C - 60 min. Sinterizare incompletă. Ferită, grăunți de cupru și grafit. 300 : 1

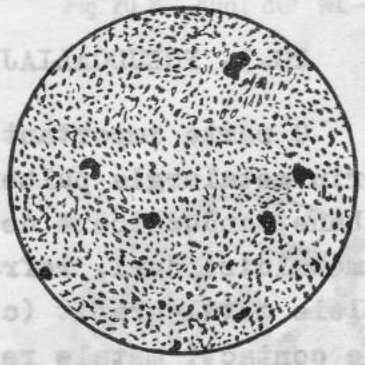


Fig. 20.6. Fier cu 1,5% grafit și 3% Cu; 8 tf/cm^2, 1100 °C - 60 min. Pt = 10%, 150 HB. Sorbită. 300 : 1

Materialele sinterizate poroase cu baza cupru cele mai utilizate, sînt bronzurile sinterizate cu 6-10 % Sn şi o porozitate de circa 25 %. Este favorabil ca bronzul să fie format numai din soluţie solidă α moale, fără prezenţa fazei δ care dă dificultăţi la prelucrare. Materialele bronz-grafit (8-12 % Sn, 1-4 % grafit) au rezistenţă mai redusă, însă mai bune proprietăţi de alunecare; cu atît mai mult cele cu conţinut ridicat de grafit (5-25 %).

In afară de bronzurile cu staniu, prin sinterizare se realizează bronzuri cu plumb cu proprietăţi superioare celor turnate.

20.2. MATERIALE DE REZISTENTA

Cele mai felurite piese din construcţia de maşini se pot realiza prin metalurgia pulberilor, atît pe bază de fier, cît şi pe bază de cupru (bronz. alamă), aluminiu etc.

Intre acestea cităm segmenţii de piston din pulbere de fier cu 2 % Cu şi 1-2 % grafit cu structura perlito-sorbitică însoţită de puţină ferită.

Pentru roţi dinţate se utilizează pulberi de fier, pulberi de fier aliate cu cupru, nichel, molibden, pulberi de bronz, alamă etc.

Pieselor pe bază de fier li se pot aplica diferite tratamente termice (călire, revenire) şi în special tratamente termochimice (carburare, carbonitrurare, sulfocarbonitrurare etc.). In fig. 20.6 se vede structura unei piese din Fe-Cu-grafit realizată prin presare cu 8 tf/cm^2, sinterizare la 1100°C, 60 minute, călită la 900°C şi revenită la 500°C.

20.3. PSEUDOALIAJE PENTRU CONTACTE ELECTRICE

O parte importantă dintre contactele electrice se realizează prin metalurgia pulberilor, ca pseudoaliaje conţinînd atît metale bune conducătoare de electricitate şi căldură, cît şi metale sau metaloizi duri, refractari, rezistenţi la uzură. Astfel sînt materialele metal-grafit (cupru-grafit, bronz-grafit etc.) pentru perii de contact, metale refractare (wolfram, molibden etc.) sau mai ales pseudoaliajele W-Cu, W-Ag, W-Cu-Ni etc., pentru contacte de rupere.

Acestea din urmă conţin în general 60-90 % W, restul Cu, respectiv Ag. Adăugarea de 1-2 % Ni îmbunătăţeşte capacitatea de sinterizare a materialelor W-Cu. Se utilizează şi pseodoaliaje cu conţinut relativ scăzut de wolfram (circa 30 % W).

O altă categorie de materiale sînt pseudoaliajele metal-compuşi metalici (cupru sau argint cu compuşi duri - carburi, boruri sau argint cu oxid de cadmiu). In fig.20.7 se vede structura unui pseudoaliaj W-Ag.

20.4. ALIAJE DURE DIN CARBURI

Aliajele dure, produse tipice ale metalurgiei pulberilor sînt constituite din grăunţi foarte duri de carburi, aglomeraţi de către un liant, cobaltul. Carburile cele mai utilizate sînt cele de wolfram, titan, apoi tantal, niobiu, molibden etc., sau soluţii solide între carburi.

In timpul sinterizării, cobaltul dizolvă, apoi precipită o parte din carbura de wolfram. In aliajele conţinînd carburi de titan şi de tantal intervine formarea soluţiilor solide între diferitele carburi.

Presarea la cald permite obţinerea de piese aproape fără porozitate, foarte dure şi rezistente la uzură.

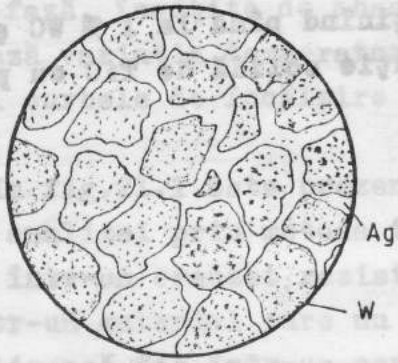


Fig. 20.7. Pseudoaliaj W - 20 % Ag. 6tf/cm2, 1000 °C - 45 min. 300 : 1

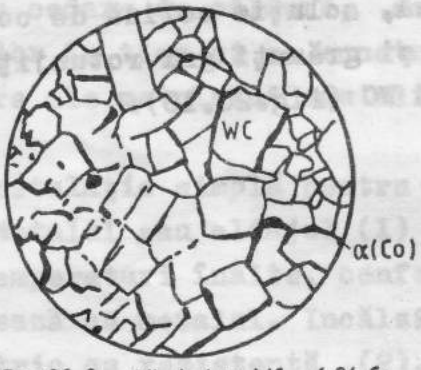


Fig. 20.8. Aliaj dur WC - 6 % Co. 1500 : 1

Fig. 20.9. Aliaj dur WC - 15 % Co 1500 : 1

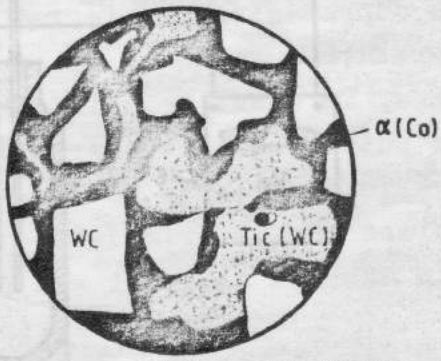


Fig. 20.10. Aliaj dur WC - 15 % TiC - 6 % Co. 1500 : 1

Creşterea conţinutului de cobalt scade duritatea şi măreşte tenacitatea. Din contră, creşterea conţinutului de carbură de titan micşorează tenacitatea şi măreşte duritatea, mai ales la cald. Intervin şi alţi factori care fac să varieze proprietăţile aliajelor dure: compoziţia şi compoziţia granulometrică, soluţiile solide, porozitatea reziduală etc.

In aliajele WC-TiC-Co, carbura de wolfram este în mare parte dizolvată de carbura de titan. Se ştie că 30 % carbură de titan ajunge să dizolve pînă la 70 % carbură de wolfram, în timp ce ultima dizolvă foarte puţină carbură de titan. In cazul soluţiilor de mai multe carburi, faza de carbură de wolfram subsistă net lîngă faza de soluţie solidă TiC-TaC-WC.

Structura aliajelor WC + 6% Co sau WC + 15 % Co, constă din grăunţi geometrici de culoare deschisă de WC (fig.20.8, 20.9) şi cobalt de culoare închisă, conţinînd o mică cantitate de WC în soluţie (pînă la 1 %).

Structura aliajului WC + 15 % TiC + 6 % Co constă din grăunţi geometrici ai fazei WC înconjuraţi de o fază de culoare închisă, soluţie solidă de cobalt conţinînd pînă la 1 % WC şi 0,1 % TiC şi grăunţi gri rotunjiţi de soluţie solidă de TiC cu pînă la 25 % WC (fig.20.10).

21

DETERMINAREA PUNCTELOR CRITICE SI A TRANSFORMARILOR DIN ALIAJE PRIN ANALIZA TERMICA

Metodele de analiză termică se bazează pe efectele termice care însoţesc diferitele transformări de fază în metale şi aliaje. Transformările pot fi de două feluri:

- cu schimbarea stării de agregare (topirea, respectiv solidificarea);
- în stare solidă (alotropice, eutectoide, peritectoide etc.).

Pentru a determina temperaturile critice ale transformărilor de fază, însoţite de absorbţie sau cedare de căldură, se înregistrează variaţia temperaturii probelor în timp şi se construiesc astfel curbele de încălzire sau răcire ale metalului sau aliajului.

In fig.21.1 este prezentată o instalaţie simplă pentru realizarea analizei prin metoda termică. Metalul sau aliajul (1) este topit într-un creuzet rezistent la temperaturi înalte, confecţionat dintr-un material care nu reacţionează cu metalul. Incălzirea se realizează fie într-un cuptor electric cu rezistenţă (2), fie cu ajutorul unui bec Bunsen. Temperatura se măsoară cu un termocuplu legat la bornele milivoltmetrului (3). Un capăt al firelor

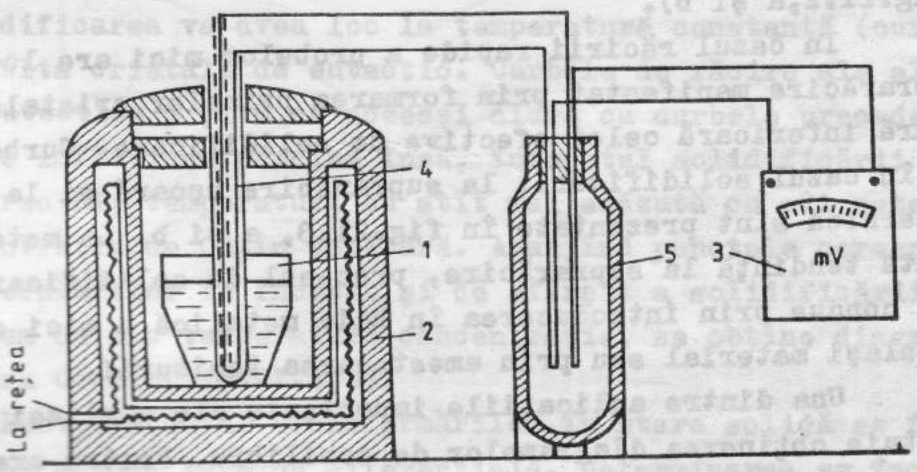


Fig.21.1. Instalaţie pentru analiza termică simplă

termocuplului se află în contact cu metalul topit prin intermediul tubului izolator (4), iar celălalt capăt în termostatul (5) în legătură cu milivoltmetrul.

Rezultatele analizei termice sînt trecute în tabele şi servesc la ridicarea curbelor de răcire şi topire.

Exemplu: în cazul plumbului, analiza termică pune în evidenţă următoarele rezultate (tabelul 21.1, fig.21.2).

Tabelul 21.1

Rezultatele analizei termice a plumbului

Timp [s]	0	10	20	30	40	50...130	140	150	160	170	180	190	200
Temperatura [°C]	358	349	341	333	328	327	326	322	317	312	309	305	302

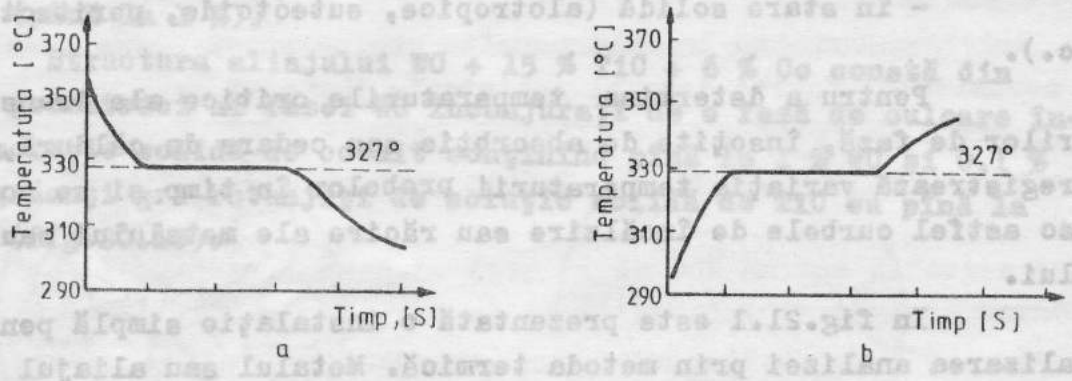


Fig.21.2. Analiza termică a plumbului
a-curba de răcire; b-curba de încălzire

Temperatura de solidificare sau de topire este caracterizată printr-un palier în curba de răcire, respectiv de încălzire (fig.21.2,a şi b).

In cazul răcirii rapide a probelor mici are loc fenomenul de suprarăcire manifestat prin formarea primelor cristale la o temperatură inferioară celei efective de solidificare. Curbele de răcire, în cazul solidificării la suprarăcire uşoară şi la suprarăcire puternică sînt prezentate în fig.21.3, a şi b. La metalele care prezintă tendinţă la suprarăcire, procesul de solidificare poate fi corect condus prin introducerea în baia metalică a mici cristale din acelaşi material sau prin amestecarea topiturii.

Una dintre aplicaţiile importante ale analizei termice o constituie obţinerea diagramelor de echilibru. Pentru exemplificare

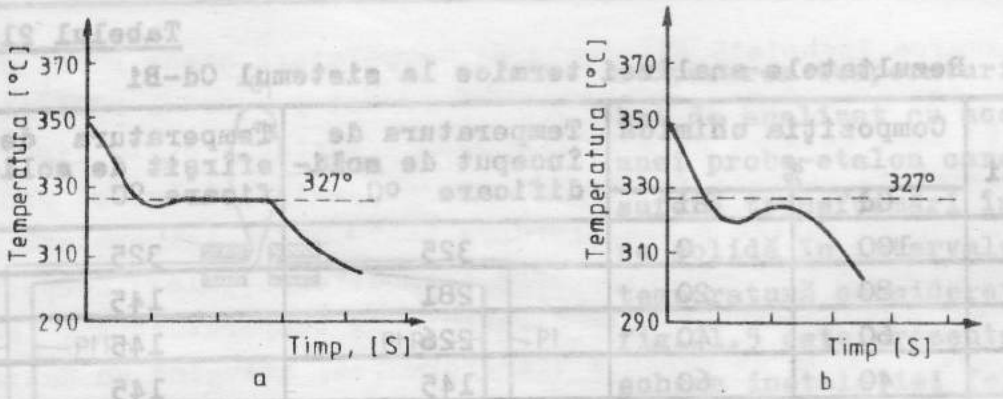


Fig.21.3. Curbele de răcire la solidificarea plumbului a-suprarăcire uşoară; b-suprarăcire puternică

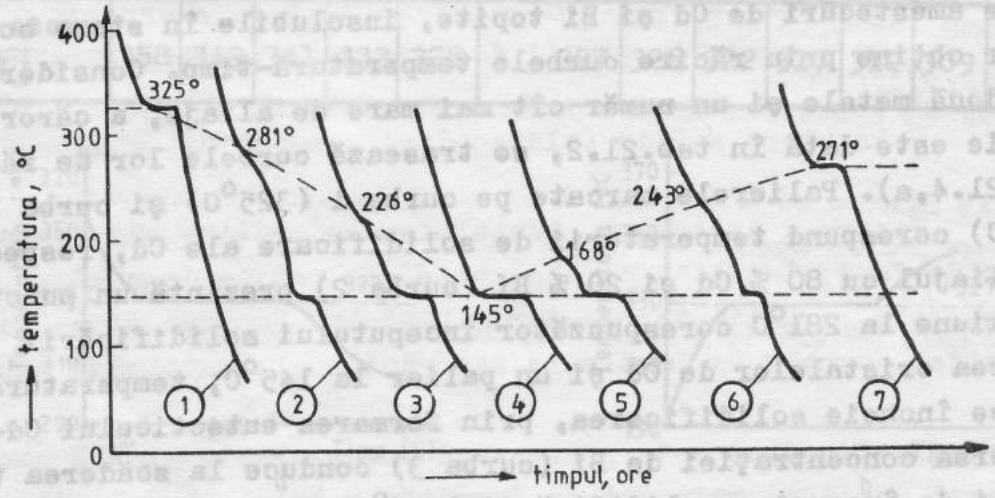
se alege sistemul Cd-Bi. Introducînd succesiv într-un creuzet diferite amestecuri de Cd şi Bi topite, insolubile în stare solidă, se vor obţine prin răcire curbele temperatură-timp. Considerînd cele două metale şi un număr cît mai mare de aliaje, a căror compoziţie este dată în tab.21.2, se trasează curbele lor de răcire (fig.21.4,a). Palierele marcate pe curba 1 (325°C) şi curba 7 (271°C) corespund temperaturii de solidificare ale Cd, respectiv Bi. Aliajul cu 80 % Cd şi 20 % Bi (curba 2) prezintă un punct de inflexiune la 281°C corespunzător începutului solidificării prin formarea cristalelor de Cd şi un palier la 145°C, temperatură la care se încheie solidificarea, prin formarea eutecticului Cd+Bi. Creşterea concentraţiei de Bi (curba 3) conduce la scăderea temperaturii de început a solidificării (226°C) în timp ce temperatura eutecticului rămîne constantă şi nu depinde în nici un caz de concentraţia iniţială a aliajului. Cantitatea de eutectic în aliajul cu 40 % Bi este mai mare decît în aliajul cu 20 % Bi, motiv pentru care palierul eutecticului pe curba de răcire este mai întins. Dacă se răceşte soluţia lichidă cu 60 % Bi (concentraţia eutecticului), solidificarea va avea loc la temperatură constantă (curba 4) şi vor rezulta cristale de eutectic. Curbele de răcire ale aliajelor hipereutectice 5 şi 6 au aceeaşi alură cu curbele precedente, punctele de inflexiune marcînd însă, începutul solidificării prin cristalizarea Bi, temperatură cu atît mai scăzută cu cît este mai mare concentraţia de Cd în topitură. Aranjînd punctele corespunzătoare temperaturilor de început şi de sfîrşit a solidificării într-un sistem de axe temperatură-concentraţie, se obţine diagrama de echilibru Cd-Bi (fig.21.4,b).

Pentru studiul transformărilor în stare solidă se foloseşte îndeosebi metoda termică diferenţială. Determinarea se face prin

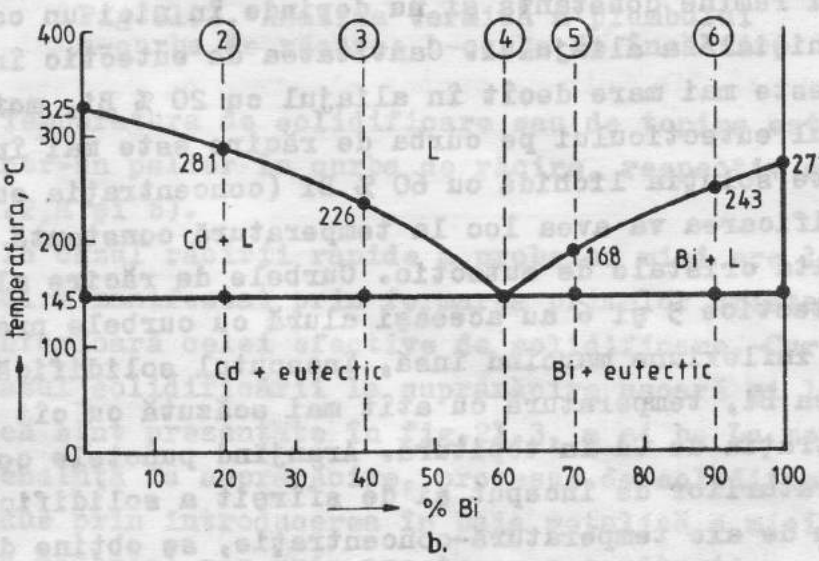
Tabelul 21.2

Rezultatele analizei termice la sistemul Cd-Bi

Nr. aliajului	Compoziţia chimică %		Temperatura de început de solidificare °C	Temperatura de sfîrşit de solidificare °C
	Cd	Bi		
1	100	0	325	325
2	80	20	281	145
3	60	40	226	145
4	40	60	145	145
5	30	70	168	145
6	10	90	243	145
7	0	100	271	271



a.



b.

Fig.21.4. Analiza termică la aliajele Cd-Bi
a-curbe de răcire ale sistemului de aliaje Cd-Bi;
b-diagrama de echilibru Cd-Bi

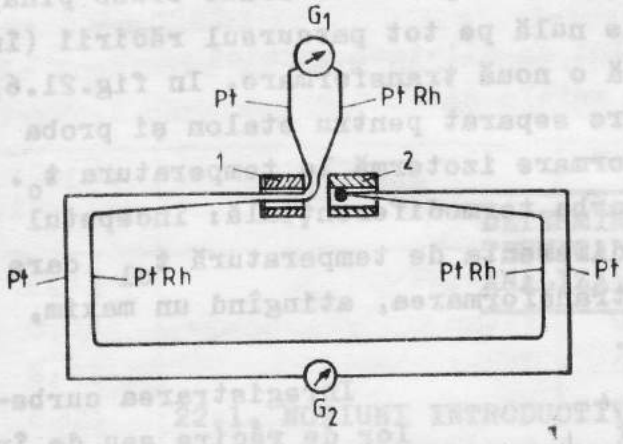


Fig.21.5. Schema instalaţiei pentru analiza termodiferenţială

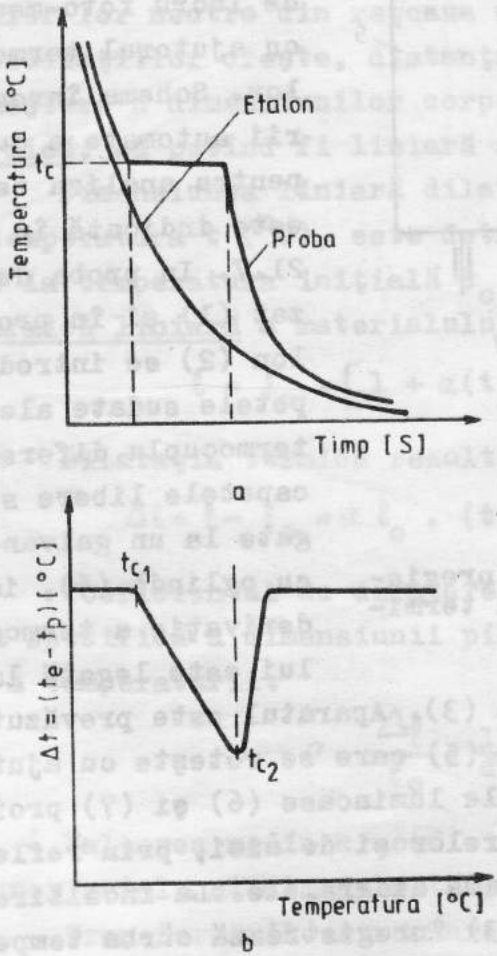


Fig.21.6. a-curbele de răcire corespunzătoare etalonului şi probei; b-curba termică diferenţială

compararea temperaturii probei de analizat cu aceea a unei probe-etalon care nu suferă transformări în stare solidă în intervalul de temperatură considerat. In fig.21.5 este prezentată schema instalaţiei folosită în analiza termodiferenţială. Proba (1) este plasată în cuptorul electric alături de etalon (2), fiecare avînd adaptate termocuple de acelaşi tip. Pentru o înregistrare cît mai fidelă a temperaturilor, legătura sudată a celor două termocuple se aşează în interiorul probelor. In circuitul instalaţiei sînt conectate două galvanometre: G_1 pentru urmărirea variaţiei de temperatură şi G_2 pentru indicaţiile de diferenţă de temperatură între proba de cercetat şi etalon. Atît timp cît proba nu suferă transformări în stare solidă, diferenţa de temperatură între etalon şi probă este nulă şi ca atare galvanometrul G_2 va indica poziţia zero. In momentul în care proba suferă o transformare însoţită de cedare sau absorbţie de căldură, între probă şi etalon se naşte o diferenţă de temperatură care poate fi observată pe galvanometrul G_2. O dată

transformarea încheiată diferenţa de temperatură scade brusc pînă la zero, continuînd a se menţine nulă pe tot parcursul răcirii (încălzirii) dacă metalul nu suferă o nouă transformare. In fig.21.6,a sînt prezentate curbele de răcire separat pentru etalon şi proba de analizat, ce suferă o transformare izotermă la temperatura t_c. In fig.21.6,b este prezentată curba termodiferenţială: începutul transformării este marcat prin diferenţa de temperatură t_{c1} care creşte pe măsură ce se produce transformarea, atingînd un maxim, t_{c2}, la sfîrşitul transformării.

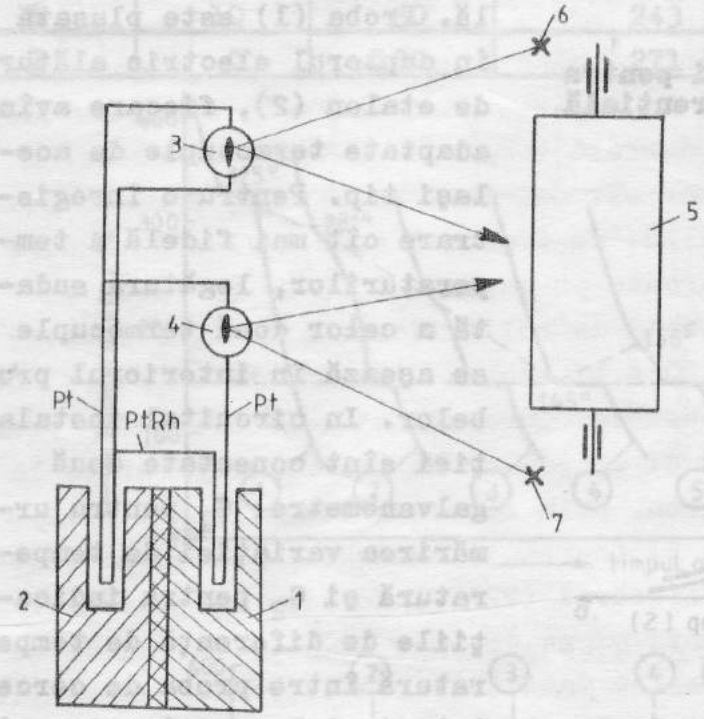


Fig.21.7. Schema instalaţiei de înregistrare automată a curbei termice diferenţiale

Inregistrarea curbelor de răcire sau de încălzire se poate realiza automat prin procedee de lucru foto-mecanice, cu ajutorul termografelor. Schema înregistrării automate a curbelor pentru analiza termică este indicată în fig. 21.7. In proba de analizat (1) şi în proba etalon (2) se introduv capetele sudate ale unui termocuplu diferenţial; capetele libere sînt legate la un galvanometru cu oglindă (4), iar o derivaţie a termocuplului este legată la un al doilea galvanometru cu oglindă (3). Aparatul este prevăzut cu un tambur cu hîrtie fotosensibilă (5) care se roteşte cu ajutorul unui mecanism cu ceasornic. Sursele luminoase (6) şi (7) proiectează razele pe oglinzile galvanometrelor şi de aici, prin reflexie, pe hîrtia tamburului unde se imprimă diagramele. La încălzirea şi răcirea probelor, galvanometrul (3) înregistrează curba temperatură-timp, iar galvanometrul (4) curba diferenţă de temperatură-timp.

22

DETERMINAREA COEFICIENTULUI DE DILATARE TERMICA SI A PUNCTELOR CRITICE PRIN ANALIZA DILATOMETRICA

22.1. NOTIUNI INTRODUCTIVE

Dimensiunile corpurilor solide sînt determinate de distanţele medii dintre atomi, care execută o mişcare vibratoare în jurul poziţiilor lor neutre din reţeaua cristalină. La încălzire, amplitudinea oscilaţiilor creşte, distanţa dintre atomi se măreşte şi apare o creştere a dimensiunilor corpurilor. Acest fenomen este dilatarea termică, ea putînd fi liniară sau de volum.

Dimensiunea liniară dilatată ℓ (mm) a unei piese încălzite la temperatura t (°C), este determinată de dimensiunea iniţială ℓ_o (mm) la temperatura iniţială t_o (°C) şi de coeficientul de dilatare termică liniară a materialului α (1/°C):

$$\ell = \ell_o \cdot \left[1 + \alpha(t - t_o)\right] \quad \text{(mm)} \qquad [1]$$

Dilataţia termică rezultă din relaţia:

$$\Delta\ell = \ell - \ell_o = \alpha\, \ell_o \cdot (t - t_o) \quad \text{(mm)} \qquad [2]$$

Coeficientul de dilatare termică liniară reprezintă modificarea specifică a dimensiunii pieselor, corespunzătoare variaţiei cu 1°C a temperaturii:

$$\alpha = \frac{\Delta\ell}{\ell_o} \cdot \frac{1}{dt} \quad \left(\frac{1}{°C}\right) \qquad [3]$$

Valoarea medie a coeficientului de dilatare termică liniară a unor metale şi aliaje este prezentată în tab.22.1.

Transformările structurale ale corpurilor metalice de asemenea sînt însoţite de modificări ale dimensiunilor, din cauza volumului specific diferit al fazelor alotropice, cu reţea cristalină mai mult sau mai puţin compactă. Astfel, de exemplu la transformarea perlitei (cu volum specific 0,127 cm^3/g) în austenită (0,125 cm^3/g), are loc o contracţie de volum, iar la transformarea marten-

Tabelul 22.1

Valoarea coeficientului de dilatare termică liniară a unor metale şi aliaje

Materialul	$\alpha \cdot 10^{-6}$ (grd^{-1})	Materialul	$\alpha \cdot 10^{-6}$ (grd^{-1})
Fier	11,7	Platină	8,9
Oţel carbon cu 0,2 % C	12,0	Titan	10,0
Oţel carbon cu 0,8 % C	14,0	Cupru	16,2
Oţel cu 13 % Mn	12,0	Staniu	20,5
Oţel inoxidabil 18-8	16,0	Bronz cu staniu	19,0
Nichel	13,3	Bronz cu aluminiu	22,0
Crom	6,2	Aluminiu	23,6
Mangan	22,2	Duralumin	23,0
Molibden	2,7	Aur	14,0
Wolfram	4,3	Argint	23,6

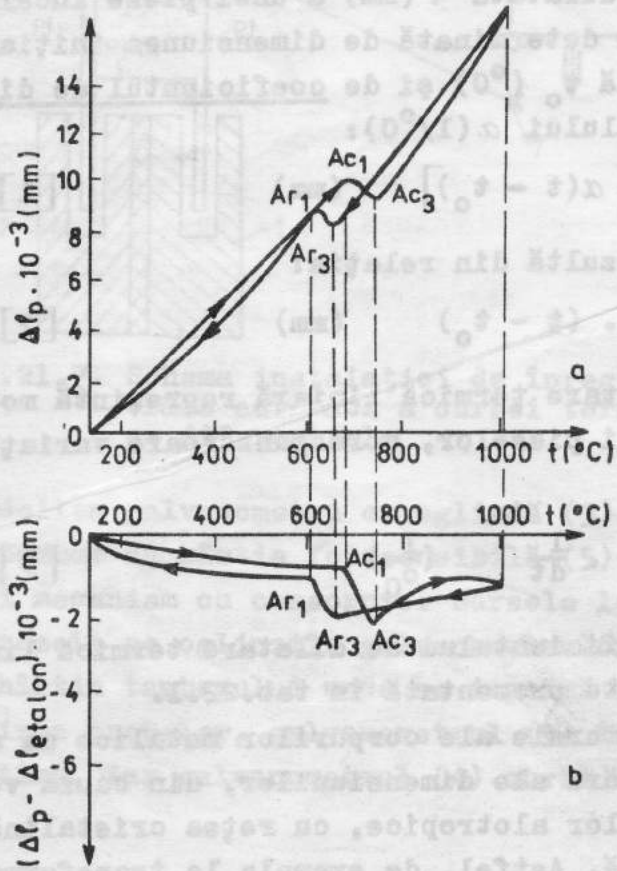


Fig.21.1. Curba dilatometrică simplă (a) şi curba dilatometrică diferenţială (b) a unui oţel carbon hipoeutectoid

sitică de la călire apare o dilataţie din cauza volumului specific mai mare al martensitei de călire (0,1285 cm^3/g).

Dilataţia termică a corpurilor, precum şi modificările de dimensiune, datorită transformărilor de fază pot fi puse în evidenţă prin analiză dilatometrică, obţinînd curbe dilatometrice simple, care reprezintă grafic modificările totale de dimensiuni ale pieselor în funcţie de temperatură (fig.21.1,a). Pentru studiul transformărilor structurale este mai utilă analiza dilatometrică diferenţială, la care se înregistrează dilatarea materialului cercetat în comparaţie cu dilatarea unei epruvete etalon, confecţionată

din aliaje care nu au transformări de fază şi a cărei dilataţie este cunoscută (fig.22.1,b). Intre curbele dilatometrice obţinute la încălzire şi apoi la răcire ale aceluiaşi material apare o diferenţă oarecare din cauza fenomenului de histerezis termic.

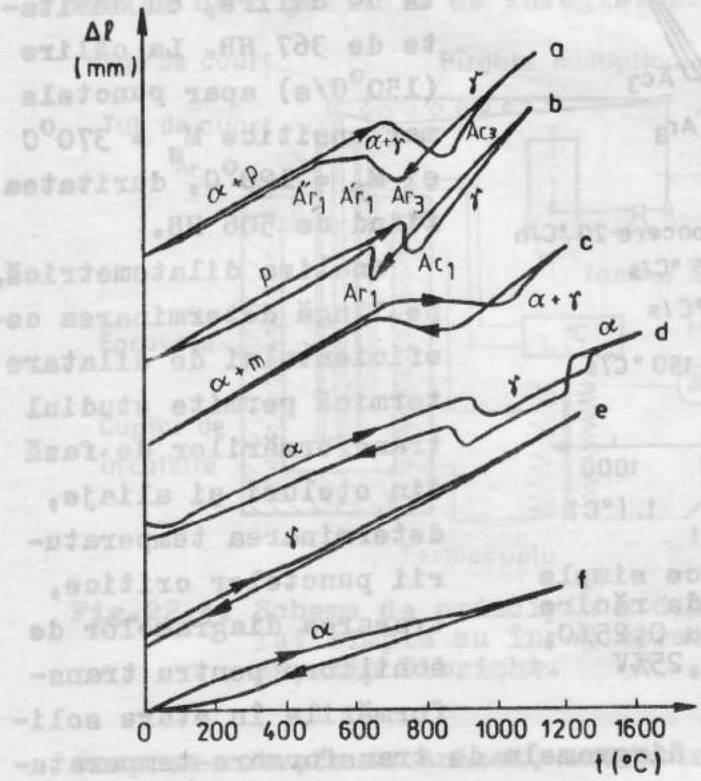


Fig.22.2. Curbele dilatometrice ale unor oţeluri
a-oţel carbon hipoeutectoid; b-oţel carbon eutectoid; c-oţel semiferitic aliat cu crom; d-oţel aliat cu molibden; e-oţel austenitic crom-nichel; f-oţel feritic aliat cu crom

Alura curbelor dilatometrice este determinată în primul rînd de compoziţia chimică a aliajelor. Astfel, de exemplu la un oţel carbon hipoeutectoid (fig.22.2,a) apar două inflexiuni pe curbele dilatometrice, corespunzător punctelor critice A_1 şi A_3, iar la oţelul eutectoid, apare numai un punct de transformare (fig.22.2, b). In cazul unui oţel semiferitic aliat cu Cr, punctele de inflexiune sînt mai puţin pronunţate, deoarece o parte din ferită nu se transformă (fig. 22.2,c), iar la oţelul cu molibden apar două perechi de transformări (fig.22.2,d). Oţelurile înalt aliate austenitice (fig.22.2,e), sau feritice (fig.22.2,f) nu au transformări de fază, ca urmare nu apar nici puncte de inflexiune pe curbele dilatometrice.

Influenţa vitezei de răcire asupra formei curbelor dilatometrice rezultă din fig.22.3, pentru un oţel slab aliat cu 0,25 % C, 1,4 % Cr, 0,5 % Mo şi 0,25 % V. La viteze mici de răcire, corespunzătoare recoacerii de normalizare (20°C/h), punctul critic Ar_3 apare la 800°C, iar transformarea perlitică începe la $Ar_{1'}$ = = 700°C şi se termină la $Ar_{1''}$ = 600°C, obţinînd o duritate de 184 HB. La răcirea cu 0,5 °C/s punctul critic Ar_3 = 730°C apare mai slab din cauza cantităţii mai mici de ferită separată şi se formează o inflexiune la Ar_z = 510°C, corespunzător începutului de transformare bainitică (298 HB). La viteza de răcire de 5°C/s se

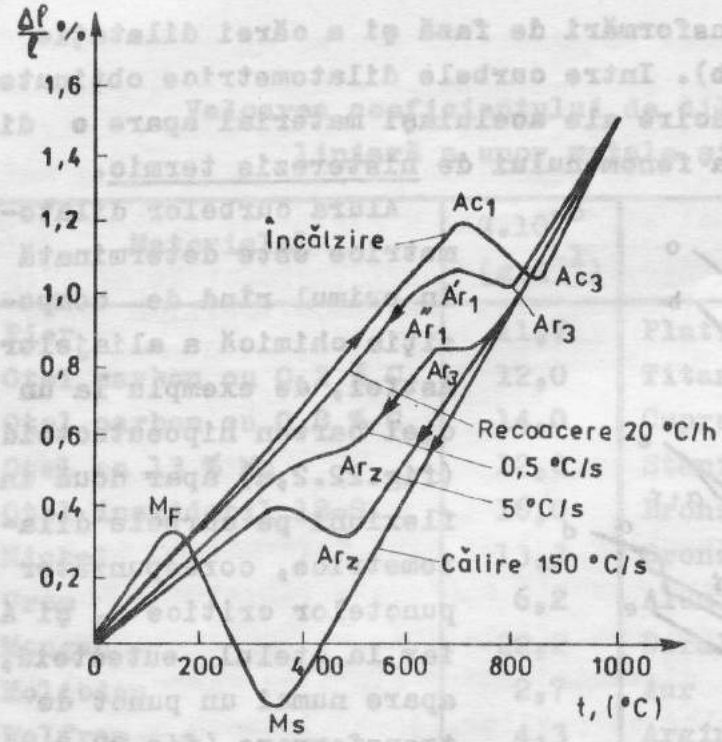


Fig.22.3. Curbele dilatometrice simple la diferite viteze de răcire a unui oţel aliat cu 0,25%C, 1,4%Cr, 0,5%Mo, şi 0,25%V

pune în evidenţă numai punctul Ar_z = 450°C, structura fiind formată din bainită şi martensită de călire, cu duritate de 367 HB. La călire (150°C/s) apar punctele martensitice M_s = 370°C şi M_F = 120°C, duritatea fiind de 506 HB.

Analiza dilatometrică, pe lîngă determinarea coeficientului de dilatare termică permite studiul transformărilor de fază din oţeluri şi aliaje, determinarea temperaturii punctelor critice, trasarea diagramelor de echilibru pentru transformările în stare solidă, ridicarea curbelor pentru diagramele de transformare-temperatură-timp, determinarea felului şi a cantităţii constituenţilor structurali, studiul unor fenomene specifice proceselor de sinterizare a pieselor din pulberi metalice, aprecierea stării de tensiuni interne a pieselor metalice etc. Analiza dilatometrică este reglementată de către STAS 7501-66.

22.2. CONSTRUCTIA DILATOMETRELOR

In principiu, orice dilatometru se compune dintr-un cuptor de încălzire, dispozitiv de prindere a epruvetei, sistemul de măsurare a temperaturii, dispozitiv de înregistrare a dilataţiilor şi contracţiilor şi în unele cazuri dispozitiv de răcire programată a epruvetei. Epruveta de formă cilindrică, cu diametrul de 3-12 mm şi lungimea de 10-80 mm, de regulă poate fi încălzită pînă la 1000 sau chiar 1200°C în atmosferă neutră (argon) sau în vid, cu o viteză de încălzire programată de 2...4 °C/min. Cuptorul de încălzire este cu rezistenţă electrică, iar temperatura epruvetei se măsoară cu un termocuplu Pt-PtRh sau Ni-CrNi. Prinderea epruvetei se realizează între un tub şi o tijă de cuarţ, fiind

necesar în general să se ţină seama de dilatarea termică a cuarţului, care este de $\alpha_c = 0,55.10^{-6}$ 1/°C. Precizia şi calitatea dilatometrelor depinde în primul rînd de felul sistemului de înregistrare a deformaţiilor epruvetei. Se recomandă utilizarea dilatometrelor cu o precizie de înregistrare de cel puţin $\pm$ 2,5.10^{-6} mm.

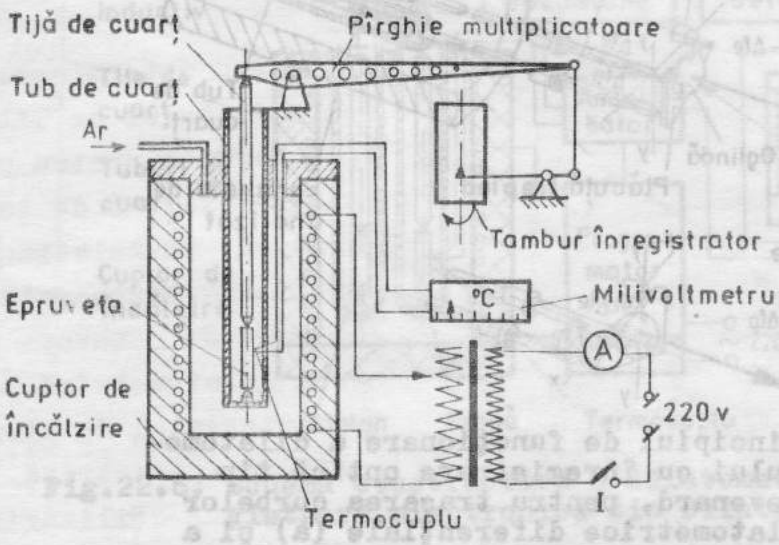


Fig.22.4. Schema de principiu a dilatometrului simplu cu înregistrare mecanică, tip Ulbricht.

In fig.22.4 se prezintă schema de principiu a dilatometrului cu înregistrare mecanică a deformaţiilor, tip Weiss-Ulbricht. Printr-un sistem de pîrghii cu raport de multiplicare 200:1 sau 400:1, dilataţia epruvetei (Ø 12 mm şi ℓ_o=65mm) este înregistrată pe o hîrtie gradată, fixată pe un tambur, care se roteşte mecanizat, executînd o rotaţie în 6 ore. Temperatura se citeşte pe milivoltmetrul aparatului, se notează şi pe curba trasată de înregistrator se face un semn. Curba dilatometrică în funcţie de temperatură se trasează ulterior.

Pentru cercetări metalografice este mult utilizat dilatometrul tip Chevenard, a cărui schemă de principiu este prezentată în fig.22.5. In cuptorul tubular de încălzire se află pe lîngă epruveta de analizat şi o epruvetă etalon confecţionată din pyros (aliaj NiCr8W4Mn3Fe3, fără transformări de fază şi cu coeficient de dilatare constant pînă la 1000°C, α_e = 21,24.10^{-6} 1/°C), care serveşte la înregistrarea temperaturii după axa X ($\Delta \ell_e$). Dilatarea celor două epruvete se transmite prin intermediul unor tije de cuarţ la o plăcuţă trepied, care are o oglindă destinată reflectării unui spot luminos care vine dinspre sursa de lumină, spre o hîrtie fotografică înregistratoare. In cazul aranjamentului din fig.22.5,a, dilatarea epruvetei de analizat $\Delta \ell_p$, roteşte plăcuţa trepied pe verticală, însă datorită dilatării probei etalon $\Delta \ell_e$, deplasarea spotului luminos după axa YY corespunde valorii $\Delta \ell_p$ - $\Delta \ell_e$, înregistrînd o curbă de dilatare diferenţială. Prin

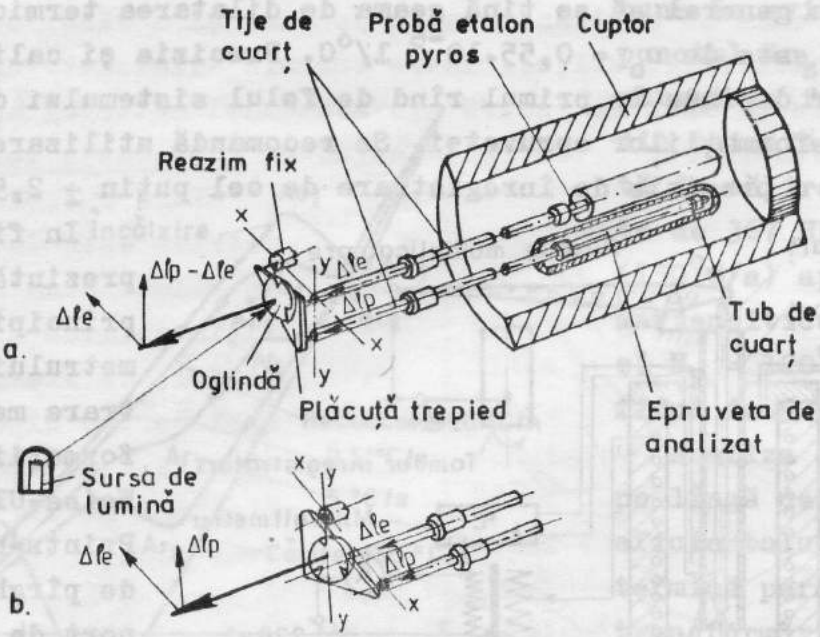


Fig.22.5. Principiul de funcţionare a dilatometrului cu înregistrare optică tip Chevenard, pentru trasarea curbelor dilatometrice diferenţiale (a) şi a curbelor simple (b).

schimbarea punctelor de reazem ale plăcuţei trepied (fig.22.5,b) aparatul înregistrează o curbă dilatometrică simplă.

Dilatometrele moderne sînt cu înregistrare electronică a curbelor de dilatare în funcţie de temperatură sau timp, putînd obţine direct curbe dilatometrice simple sau diferenţiale (de exemplu la dilatometrul Dilatronic). In cuptorul de încălzire, prevăzut cu programator de temperatură, sînt introduse două tuburi de cuarţ, pentru proba de cercetat şi pentru etalonul confecţionat din aliaj Ni-Cr sau Ni-Cr-Co. Dilatarea probelor este transmisă la cîte un traductor inductiv de curse, alimentat cu curent alternativ de 1 kHz. Inductanţa variabilă în raport cu deplasarea măsurată este prelucrată cu ajutorul unei punţi Wheatstone, amplificator-detector şi un dispozitiv electronic de comutare-comparare (fig.22.6). Trasarea curbelor dilatometrice se realizează cu ajutorul unui înregistrator electronic X-Y. La aceste dilatometre răcirea probelor poate fi programată, realizînd diferite viteze de răcire, prin insuflare asupra probelor încălzite a unor jeturi de aer, argon, azot, ulei sau apă.

In cadrul lucrării de laborator va fi folosit un dilatometru tip Ulbricht, la care sistemul de înregistrare mecanică a fost înlocuit cu un sistem electronic compus din traductor inductiv,

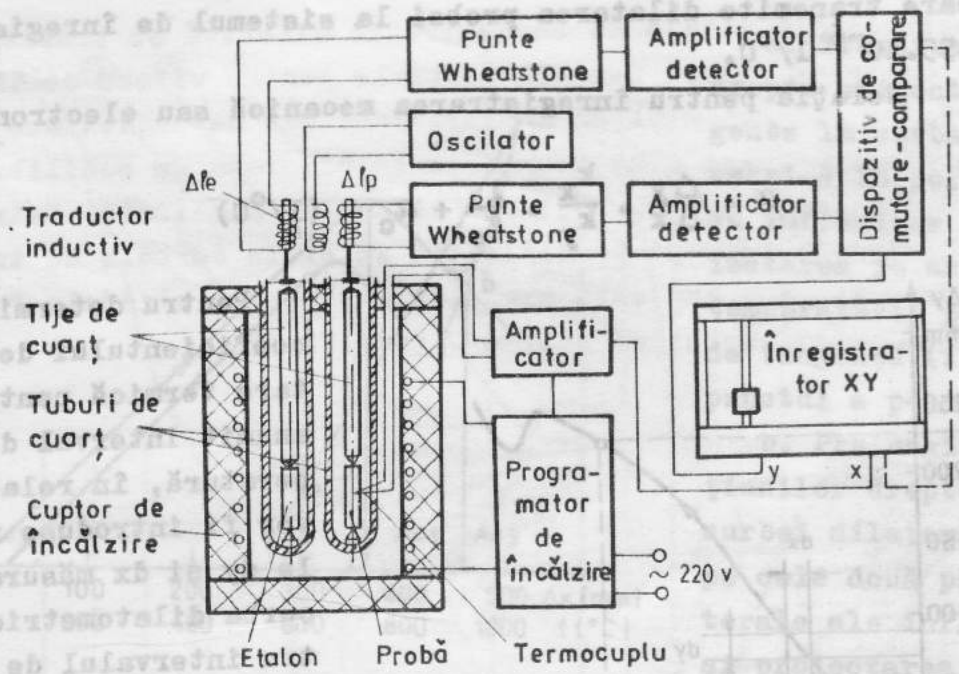


Fig.22.6. Schema constructivă a dilatometrului cu înregistrare electronică tip Dilatronic.

punte Wheatstone, amplificator și înregistrator X-Y. Astfel, pot fi trasate direct curbe dilatometrice simple în funcție de temperatură sau timp, pentru încălzire sau răcire cu cuptorul, respectiv răcire în aer. Etalonarea traductorului inductiv se realizează cu ajutorul unui ceas comparator.

22.3. DETERMINAREA COEFICIENTULUI DE DILATARE TERMICA

Relația de bază pentru determinarea coeficientului mediu de dilatare termică este cea prezentată și la începutul lucrării [3]:

$$\alpha = \frac{1}{l_o}\left(\frac{l-l_o}{t-t_o}\right) = \frac{1}{l_o}\cdot\frac{\Delta l}{\Delta t} \quad (1/^oC) \qquad [4]$$

In cazul curbelor dilatometrice simple, dilatarea probei este proporțională cu valorile înregistrate pe axa OY, iar temperatura corespunde scării OX (fig.22.7). Ca urmare, pentru determinarea coeficientului mediu de dilatare termică se ia un punct pe curba dilatometrică, pe porțiunea dreaptă, pînă la punctul de transformare alotropică, punctul avînd coordonatele măsurate direct pe diagramă Δy și Δx. Pentru calcule trebuie cunoscut coeficientul k_y de amplificare a sistemului de înregistrare, k_x - coeficient de transformare distanță/temperatură (mm/^{o}C), lungimea inițială a probei l_o (mm) și coeficientul de dilatare termică a tijei de

cuarţ care transmite dilatarea probei la sistemul de înregistrare $\alpha_c = 0{,}55 \cdot 10^{-6}$ 1/°C.

Relaţia pentru înregistrarea mecanică sau electronică va fi [5]:

$$\alpha = \frac{\Delta y}{\Delta x} \cdot \frac{k_x}{k_y} \cdot \frac{1}{l_o} + \alpha_c \quad (1/^oC) \qquad [5]$$

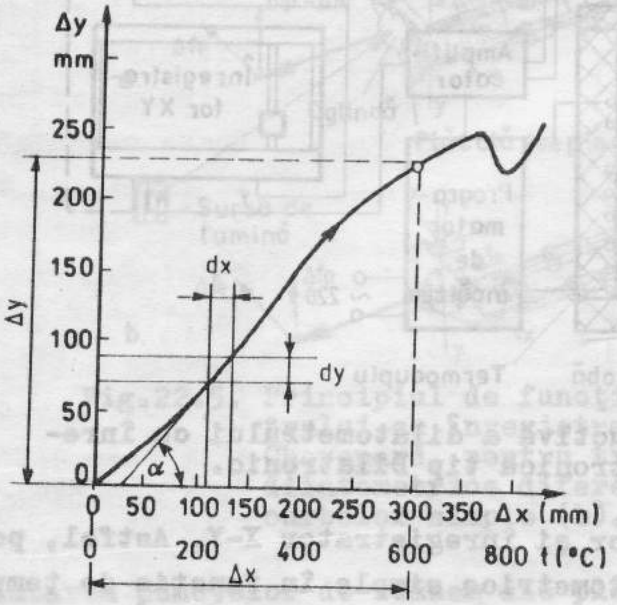


Fig.22.7. Metoda de determinare a coeficientului mediu de dilatare termică liniară ($\Delta y/\Delta x$) şi a valorii momentane a coeficientului de dilatare termică (dy/dx)

Pentru determinarea coeficientului de dilatare termică pentru un anumit interval de temperatură, în relaţia [5] vor fi introduse valorile dy şi dx măsurate pe curba dilatometrică pentru intervalul de temperatură considerată.

In cazul utilizării dilatometrului cu înregistrare optică tip Chevenard trebuie să fie ţinut cont de coeficientul de dilatare termică a epruvetei etalon confecţionate din aliajul pyros ($\alpha_e = 21{,}24 \cdot 10^{-6}$ 1/°C):

$$\alpha = \frac{dy}{dx} \cdot \frac{k_x}{k_y} \cdot (\alpha_e - \alpha_c) + \alpha_c \qquad [6]$$

Coeficientul de dilatare termică liniară poate fi determinat şi cu ajutorul curbelor dilatometrice diferenţiale, utilizînd relaţia [7]:

$$\alpha = \frac{dy}{dx} \cdot \frac{k_x}{k_y} \cdot (\alpha_e - \alpha_c) + \alpha_e \qquad [7]$$

22.4. DETERMINAREA TEMPERATURII PUNCTELOR CRITICE DE TRANSFORMARE

Punctele critice de transformare de fază ale aliajelor se pot identifica pe curbele dilatometrice prin inflexiuni. Pentru determinarea precisă a temperaturii punctelor critice sînt folosite două metode grafice (fig.22.8):

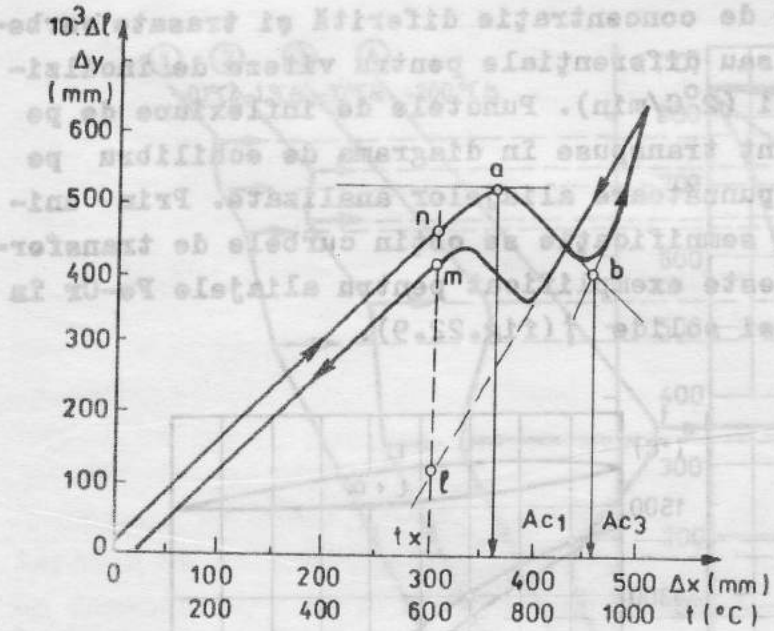


Fig.22.8. Determinarea temperaturii punctelor critice de trasnformare prin metoda tangentei orizontale (a) şi metoda prelungirii porţiunilor drepte (b)

a. Trasarea unor drepte orizontale tangente la curba dilatometrică în porţiunea cu inflexiune şi proiectarea pe axa OX a temperaturii punctelor de tangenţă (fig.22.8, punctul a pentru Ac_1);

b. Prelungirea porţiunilor drepte ale curbei dilatometrice pe cele două părţi laterale ale inflexiunii şi proiectarea pe axa OX a temperaturii punctului de intersecţie a dreptelor trasate (fig. 22.8, punctul b pentru punctul critic Ac_3).

Diferenţa dintre curbele dilatometrice înregistrate la încălzire şi apoi la răcire, permite aprecierea cantităţii de fază netransformată la răcire (metoda Kunitake). In acest scop se prelungeşte latura corespunzătoare fazei netransformate pe curba dilatometrică de răcire şi sînt determinate grafic valorile lui Δy pentru temperatura de referinţă t_x din intersecţia dreptei verticale a temperaturii cu curba dilatometrică la încălzire (punctul n), cu curba de răcire (punctul m) şi cu dreapta de prelungire (punctul ℓ). Segmentul $\overline{\ell n}$ este proporţional cu cantitatea de fază transformată la încălzire, iar segmentul $\overline{\ell m}$ cu cea transformată la răcire. Cantitatea de fază netransformată la răcire rezultă din relaţia [8]:

$$v = \frac{mn}{\ell n} \cdot 100 \ (\%) \qquad [8]$$

22.5. DETERMINAREA DIAGRAMELOR DE ECHILIBRU SI A DIAGRAMELOR TRANSFORMARE-TEMPERATURA-TIMP PENTRU RACIRE CONTINUA

Curbele dilatometrice se utilizează pentru determinarea diagramelor de echilibru ale aliajelor, în domeniul transformărilor în stare solidă. In acest scop sînt confecţionate epruvete

dilatometrice din aliaje de concentraţie diferită şi trasate curbele dilatometrice simple sau diferenţiale pentru viteze de încălzire şi răcire cît mai mici (2°C/min). Punctele de inflexiune de pe curbele dilatometrice sînt transpuse în diagrama de echilibru pe dreptele verticale corespunzătoare aliajelor analizate. Prin unirea punctelor de aceeaşi semnificaţie se obţin curbele de transformare secundară, aşa cum este exemplificat pentru aliajele Fe-Cr în domeniul formării soluţiei solide γ (fig.22.9).

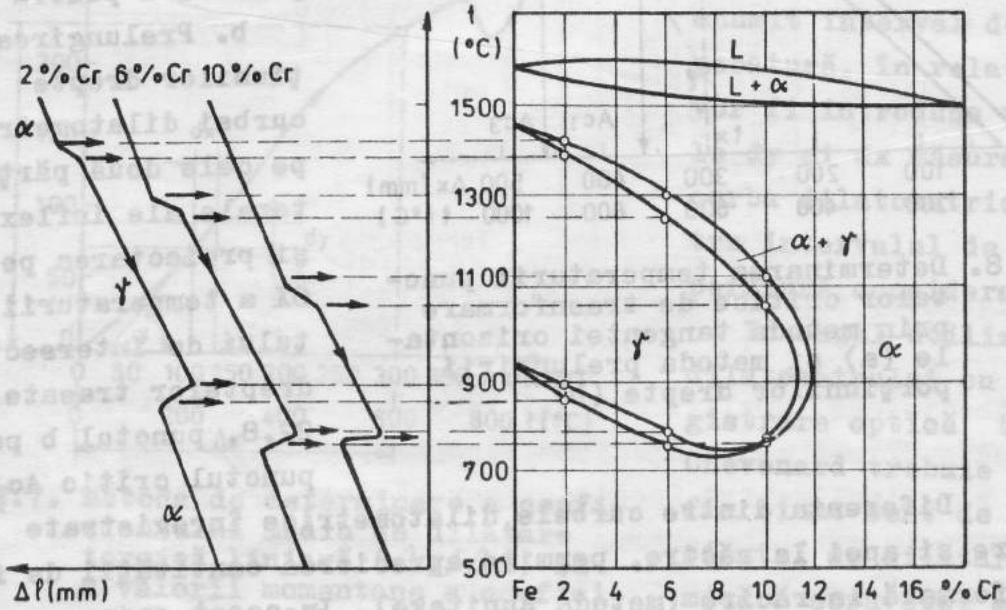


Fig.22.9. Determinarea diagramei de echilibru în domeniul transformării în stare solidă pentru aliajele Fe-Cr

Analiza dilatometrică este unica metodă pentru trasarea diagramelor de transformare-temperatură-timp (TTT) pentru răcire continuă. In acest scop, dilatometrul trebuie să fie de construcţie adecvată, permiţînd realizarea diferitelor viteze de răcire, pînă la călire. Probele confecţionate din acelaşi oţel sînt încălzite în domeniul austenitic şi apoi răcite în dilatometru, aplicînd diferite medii de răcire. Curbele dilatometrice de răcire sînt înregistrate optic sau electronic, iar constituenţii structurali sînt determinaţi prin analiză microscopică. Punctele de inflexiune ale curbelor dilatometrice obţinute la diferite viteze de răcire sînt transpuse în diagrama temperatură-timp, pe curbele vitezelor de răcire trasate (fig.22.10). Unind punctele de aceeaşi transformare se obţin curbele care delimitează domeniile de structuri în diagramele TTT.

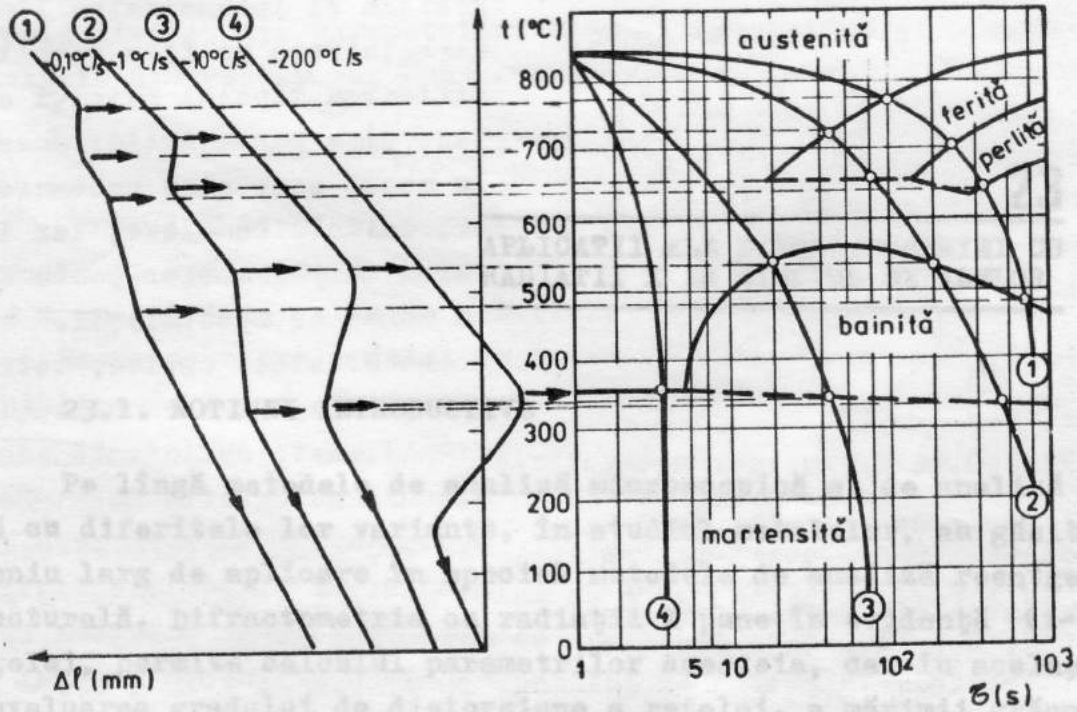


Fig.22.10. Determinarea diagramei TTT pentru răcire continuă a unui oţel aliat cu crom, molibden, vanadiu

23

APLICATII ALE DIFRACTOMETRIEI CU RADIATII X IN STUDIUL METALELOR

23.1. NOTIUNI INTRODUCTIVE

Pe lîngă metodele de analiză microscopică şi de analiză termică cu diferitele lor variante, în studiul metalelor, au găsit un domeniu larg de aplicare în special metodele de analiză roentgeno-structurală. Difractometria cu radiaţii X pune în evidenţă tipul reţelei, permite calculul parametrilor acesteia, dar în acelaşi timp, evaluarea gradului de distorsiune a reţelei, a mărimii grăunţilor cristalini, pune în evidenţă prezenţa defectelor de reţea, a orientării cristalelor, a fazelor precipitate etc.

Una dintre metodele cele mai frecvent utilizate, bazată pe difracţia radiaţiilor X de către atomii agregatelor cristaline, este "metoda pulberilor" cunoscută şi sub denumirea de metodă Debye-Scherer. Un fascicol monocromatic de radiaţii X este dirijat asupra probei constituită din pulberi fine sau din material compact sub formă de sîrmă. Datorită numărului mare de grăunţi se vor găsi suficiente plane cristalografice cu orientările necesare îndeplinirii condiţiilor Bragg de difracţie. Pentru fiecare set de plane egal distanţate care participă la difracţie se va forma cîte un con de difracţie cu deschiderea 4θ. Legătura între unghiul de difracţie θ, lungimea de undă, λ, a radiaţiei X şi distanţa d între planele reticulare pe care are loc difracţia este dată de legea lui Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \qquad (1)$$

unde: n = 1,2,3..., este ordinul difracţiei.

Inregistrarea radiaţiei difractate se face de obicei pe filme fotosensibile aşezate pe circumferinţa interioară a camerei de difracţie (fig.23.1). Fascicolul monocromatic X cade pe probă şi este difractat formînd mai multe conuri de difracţie care intersectează filmul după o serie de linii, obţinîndu-se roentgenograma, care, după desfăşurarea filmului are aspectul arătat în fig.23.2 a şi b.

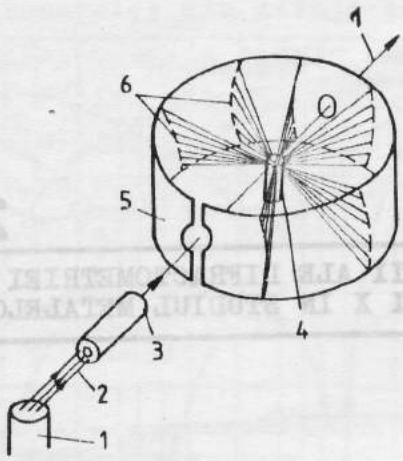


Fig.23.1. Principiul metodei Debye-Scherrer
1-sursa de radiaţii X; 2-fascicolul incident; 3-filtru monocromator; 4-proba policristalină; 5-film fotosensibil; 6-conuri de difracţie; 7-opritor fascicol

Poziţia şi intensitatea liniilor înregistrate pe film permit identificarea tipului reţelei cristaline şi a parametrilor acesteia. In acest scop sînt necesare deseori calcule complexe, iar interpretarea debyegramelor poate fi făcută numai de specialişti.

La cristale cubice, tetragonale, hexagonale, cu o constituţie mai simplă, este suficientă adesea o singură fotografie Debye-Scherrer pentru a lămuri structura lor. Ţinînd seama de poziţia liniilor şi de intensitatea acestora se poate deduce apartenenţa la unul din cele trei sisteme cristaline şi modul de centrare, adică dacă reţeaua este cubică cu volum centrat, ori cu feţe centrate. In funcţie de modul de centrare, difracţia este realizată pe plane diferite ale reţelei. In fig.23.2,a este reprezentată debyegrama Fe α(CVC). Numai planele (110), (200), (211) şi (220) ale reţelelor CVC îndeplinesc condiţiile de difracţie Bragg. In roentgenograma platinei, cu reţea CFC (fig.23.2,b) sînt reprezentate următoarele plane ale reţelei: (111), (200), (220), (311), (222), (400), (331), (420). Lipseşte aici planul (211) care apare la reţelele CVC, fiind însă caracteristică prezenţa planului (111).

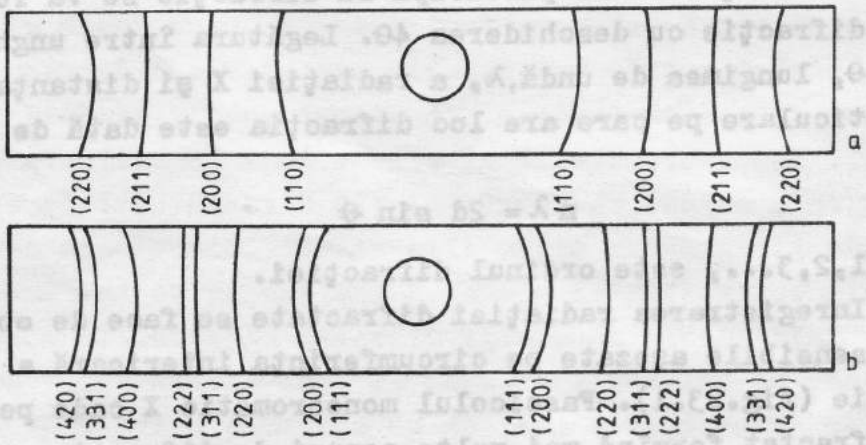


Fig.23.2. Metode de difracţie
a-debyegramă tipică reţelei cubice cu volum centrat;
b-debyegramă caracteristică reţelei cubice cu feţe centrate

In cele ce urmează sînt prezentate cîteva aplicaţii ale cunoaşterii dimensiunii parametrilor reţelei cristaline şi a datelor rezultate din examinarea debyegramelor.

23.2. CALCULUL DENSITATII METALELOR

Cunoscînd tipul şi parametrii reţelei cristaline a unui metal, poate fi determinată cu precizie densitatea, definită ca greutate a unităţii de volum de material.

Exemplu: cuprul, metal cu reţea CFC are parametrul reţelei cristaline de 3,6 Å. Intr-un volum de 1 cm^3 de cupru sînt conţinute $\frac{1}{(3,6x10^{-8})^3} = 21,4 \times 10^{21}$ celule cubice cu latura de $3,6 \times 10^{-8}$ cm. Fiecărei celule CFC îi aparţin 4 atomi, deci numărul total de atomi de cupru într-un volum de 1 cm^3 este $4 \times 21,4 \times 10^{21} = 85,6 \times 10^{21}$. Greutatea unui atom de cupru este $w_{Cu} = 63,57 \times w_H g$, unde $w_H = 1,6 \times 10^{-24} g$, greutatea atomului de hidrogen. Prin urmare greutatea unui cm^3 de cupru, adică densitatea va fi: $\rho = 85,6 \times 10^{21} \times 63,57 \times 1,64 \times 10^{-24} = 8,9 g/cm^3$.

23.3. DETERMINAREA LIMITEI DE SOLUBILITATE

Variaţia compoziţiei unui aliaj în domeniul monofazic, de pildă α, produce o variaţie a parametrului reţelei soluţiei solide, pentru că elementele dizolvate au dimensiuni atomice diferite de cele ale metalului de bază. O dată ce se atinge concentraţia de saturaţie, variaţia parametrului reţelei α încetează, deoarece compoziţia fazei rămîne constantă la temperatura dată, indiferent de compoziţia aliajului. Discontinuitatea marcată în graficul de reprezentare a parametrului reţelei în funcţie de temperatură indică limita de solubilitate. Modificarea solubilităţii unui element de aliere în

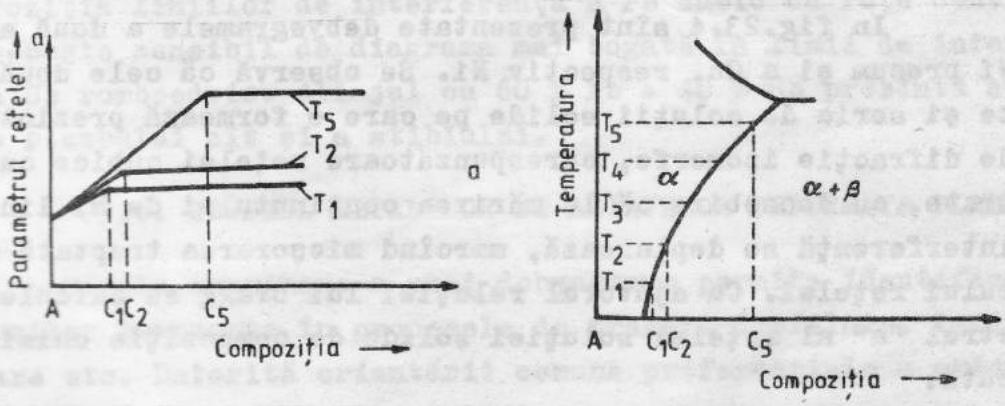


Fig.23.3. a şi b Determinarea limitei de solubilitate prin măsurarea parametrului reţelei în cazul sistemelor cubice

metalul de bază, în raport cu temperatura, poate fi studiată fie prin difractometrie la temperaturi înalte, fie prin răcirea bruscă a probelor de la temperaturi înalte la temperatura camerei (pentru a fixa starea structurală a aliajului la temperaturi înalte), urmată de analiza difractometrică la temperatura camerei. In fig.23.3 (a şi b) este prezentat modul de înregistrare şi interpretare a rezultstelor experimentale, în cazul aliajelor binare.

23.4. DETERMINAREA COMPOZITIEI CHIMICE A UNUI ALIAJ MONOFAZIC

In cazul sistemelor de aliaje cu solubilitate totală în stare solidă, prin creşterea adaosului de elemente de aliere, reţeaua soluţiei solide îşi modifică dimensiunile, trecînd continuu de la dimensiunile corespunzătoare metalului de bază spre dimensiunile metalului de aliere. Cunoscînd parametri reţelei unor aliaje cu compoziţie chimică determinată (etaloane) se poate stabili compoziţia aliajului investigat.

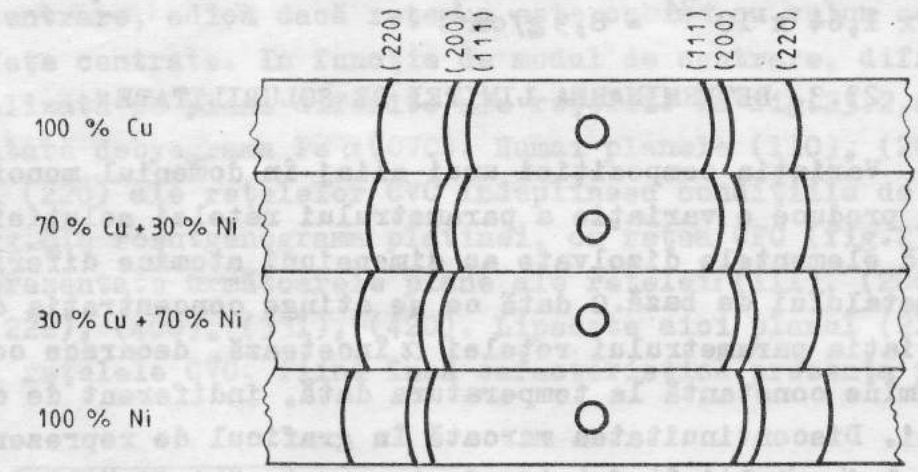


Fig.23.4. Diagrame Debye-Scherrer ale aliajelor Cu-Ni

In fig.23.4 sînt prezentate debyegramele a două aliaje Cu-Ni precum şi a Cu, respectiv Ni. Se observă că cele două componente şi seria de soluţii solide pe care o formează prezintă modele de difracţie izomorfe, corespunzătoare reţelei cubice cu feţe centrate, cu deosebire că la mărirea conţinutului de Ni liniile de interferenţă se deplasează, marcînd micşorarea treptată a parametrului reţelei. Cu ajutorul relaţiei lui Bragg se calculează parametrul "a" al reţelei soluţiei solide de compoziţie chimică necunoscută:

$$a = \frac{\lambda}{2\sqrt{N}} \cdot \frac{1}{\sin\theta} [\mathring{A}]; \qquad (2)$$

unde: λ - lungimea de undă a radiaţiei X folosite $[\mathring{A}]$;

$N = \sqrt{h^2 + k^2 + \ell^2}$, reprezintă numărul liniei de interferenţă pe debyegramă;

θ - unghiul Bragg determinat cu ajutorul debyegramei,

iar prin comparare cu etaloanele, se determină proporţia de Cu şi Ni.

23.5. IDENTIFICAREA ALIAJELOR HETEROFAZICE

In cazul aliajelor formate din amestecuri mecanice, debyegramele vor prezenta liniile de interferenţă corespunzătoare tuturor fazelor din amestec. Cu alte cuvinte, dacă aliajul este format dintr-un amestec de două faze, α şi β, debyegrama sa va prezenta suprapunerea modelelor de difracţie a fazelor α şi β. Gradul de înnegrire al liniilor pe filmul fotosensibil este proporţional cu cantitatea fazelor în amestecul mecanic. Diferenţa de contrast a liniilor de interferenţă se poate datora şi deosebirii între greutăţile atomice ale elementelor ce formează fazele în amestec.

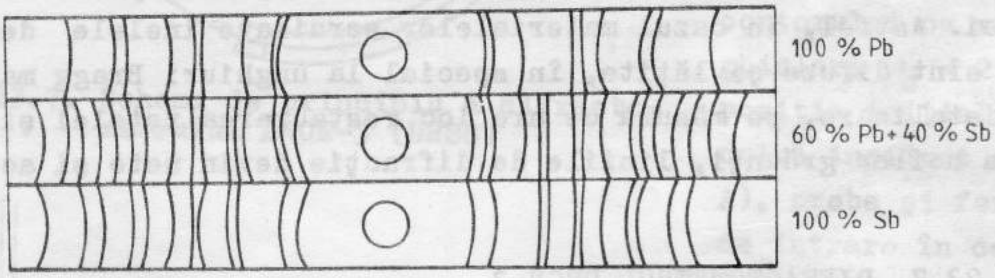


Fig.23.5. Diagrame Debye-Scherrer ale aliajelor Pb-Sb

In fig.23.5 sînt reprezentate diagramele Debye-Scherrer pentru Pb (A), pentru Sb (C) şi pentru un aliaj Pb-Sb (B) în care componentele insolubile în stare solidă formează amestecuri mecanice. Poziţia liniilor de interferenţă a Pb cubic cu feţe centrate se deosebeşte sensibil de diagrama mai bogată în linii de interferenţă a Sb romboedric. Aliajul cu 60 % Pb + 40 % Sb prezintă atît liniile plumbului cît şi a stibiului.

23.6. STUDIUL METALELOR SI ALIAJELOR DEFORMATE PLASTIC

Simpla examinare a unei debyegrame permite identificarea structurilor texturate în procesele de tragere-trefilare, laminare, matriţare etc. Datorită orientării comune preferenţiale a grăunţilor

în raport cu direcţiile de deformare, intensitatea radiaţiilor care formează conul de difracţie pe fiecare set de plane cristalografice este neuniformă. Ca urmare, liniile caracteristice vor prezenta pe debyegramă o înnegrire neuniformă, aşa cum se poate observa în cazul sîrmei de aluminiu trefilat, cu reducere de 85 % (fig.23.6).

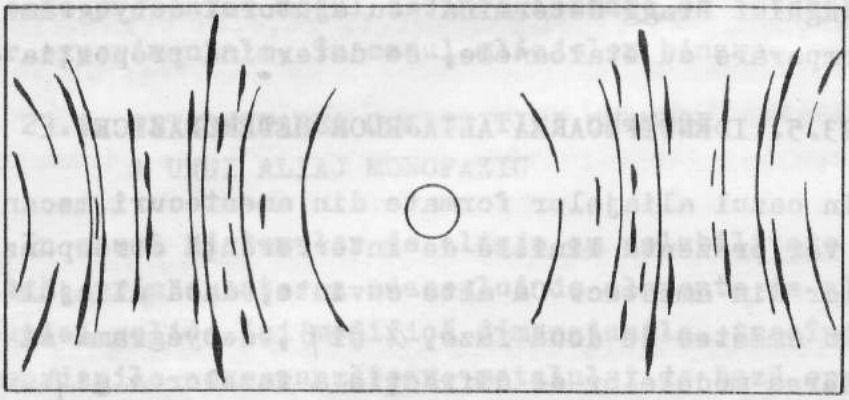


Fig.23.6. Debyegrama aluminiului texturat prin trefilare

Generarea şi interacţiunea defectelor de reţea în urma deformării plastice la rece, aduce şi alte modificări aspectului debyegramei. Astfel, în cazul materialelor ecruisate inelele de difracţie sînt difuze şi lăţite, în special la unghiuri Bragg mari; prin recristalizare, pe măsură ce are loc restaurarea reţelei şi germinarea noilor grăunţi, liniile de difracţie devin nete şi accentuate.

23.7. DIFRACTOMETRUL DRON-3

Pe lîngă metodele de înregistrare pe film fotosensibil, fascicolele de radiaţii difractate pot fi detectate direct, folosind tuburi contoare - fie Geiger, fie de tip scintilator. Schema constructivă a difractometrului DRON-3 (Techsnabexport - URSS) este arătată în fig.23.7.

Un fascicol divergent de radiaţii filtrate ori monocromatizate este dirijat pe suprafaţa probei C. Proba policristalină trebuie să posede o faţă perfect plană, îngrijit prelucrată şi se află în centrul arcului goniometric, putînd fi rotită în jurul axei goniometrului cu diferite viteze unghiulare, ω_0, sau în salturi discrete - în funcţie de metoda de cercetare utilizată. Radiaţiile X emise de sursa S, monocromatizate, sînt difractate de probă formînd o rază convergentă focalizată în diafragma F a contorului G. A şi B

sînt diafragme speciale ce delimitează radiaţia incidentă, respectiv difractată. Contorul şi diafragmele receptoare sînt fixate pe căruciorul E care se poate deplasa pe cercul goniometric continuu cu diferite viteze unghiulare ω_c, intermitent, sau poate rămîne pe poziţii fixe. Poziţia unghiulară a contorului, 2θ, poate fi citită pe scala gradată K. Căruciorul E şi suportul probei sînt cuplate mecanic, astfel încît la o rotaţie a contorului cu unghiul 2α, proba se roteşte cu unghiul α.

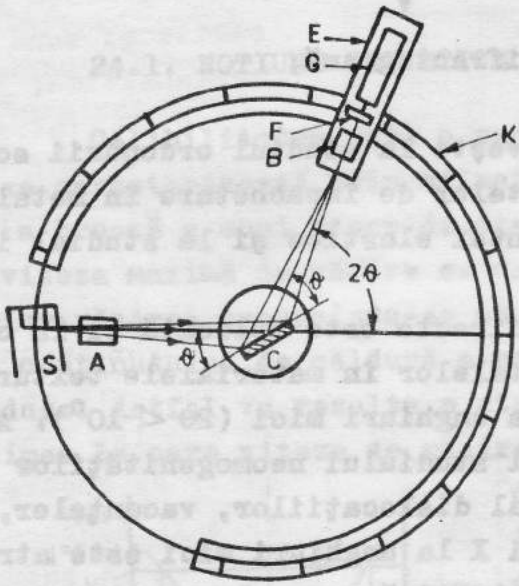


Fig.23.7. Schema de principiu a difractometrului DRON-3 (URSS)

Cea mai frecventă modalitate de utilizare a difractometrului pentru materialele policristaline constă în rotirea continuă a probei cu viteza unghiulară ω_p şi a contorului cu viteza unghiulară $\omega_c = 2\,\omega_p$. In poziţia iniţială, fascicolul incident (diafragma A), proba şi fereastra de intrare în contor (diafragma B) sînt coliniare. Prin rotirea contorului cu viteza unghiulară $\omega_c = 2\,\omega_p$, ori de cîte ori fascicolul incident face cu suprafaţa probei un unghi θ care satisface legea Wulff-Bragg, contorul se află la unghiul 2θ faţă de fascicolul incident, în poziţia necesară pentru a primi fascicolul difractat. Sistemul de înregistrare redă curba $J = f(\theta)$, aşa cum se arată în fig.23.8. Rezultatele măsurătorilor pot fi afişate numeric, înscrise pe banda înscriptorului, sau pot intra direct în unitatea de calcul a unui calculator cuplat cu difractometrul şi

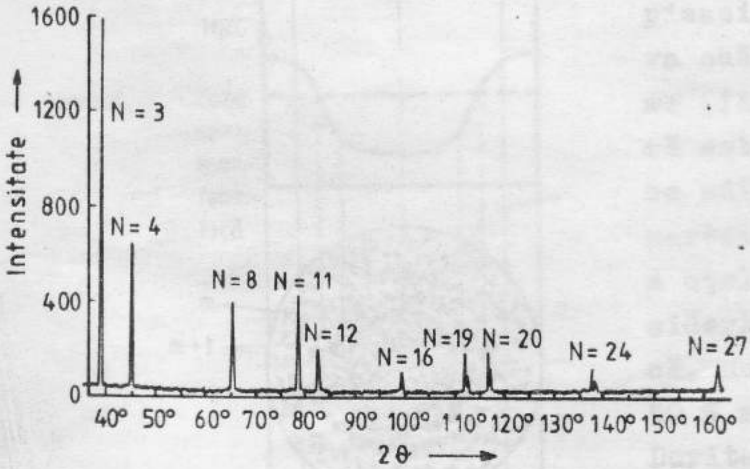


Fig.23.8. Difractograma pulberii de aluminiu realizată cu radiaţie X de cupru şi filtru de nichel

care posedă diferite programe de prelucrare a datelor după scopul urmărit prin cercetare. Curbele $J = f(\theta)$ se mai numesc şi difractograme. Distanţele liniare măsurate pe difractogramă pot fi convertite în distanţe unghiulare cu ajutorul factorului de transformare K, care ţine cont de viteza hîrtiei v şi viteza unghiulară a goniometrului ω:

$$\Delta\theta = K \cdot \Delta l = \frac{\omega}{v} \cdot \Delta l ;$$

unde Δl = distanţa liniară pe difractogramă;

$\Delta\theta$ = distanţa unghiulară.

Metoda menţionată serveşte la studiul ordonării soluţiilor solide, la stabilirea defectelor de împachetare în metalele deformate, la determinarea constantei elastice şi la studiul imperfecţiunilor în cristale.

Metoda înregistrării directe este aplicată şi în cazul orientării preferenţiale a cristalelor în materialele texturate, precum şi în cazul difracţiei la unghiuri mici ($2\theta < 10^{o}$). Aceasta din urmă este utilizată în cazul studiului neomogenităţilor în cristale (segregaţii, impurităţi), al dislocaţiilor, vacanţelor, fazelor precipitate. Difracţia radiaţiei X la unghiuri mici este atribuită diferenţei între densitatea electronică a zonelor ce prezintă neomogenităţi (impurităţi, faze precipitate, dislocaţii etc.) şi matricea înconjurătoare.

24

DETERMINAREA CALIBILITATII OTELURILOR

24.1. NOTIUNI TEORETICE

Călibilitatea este o proprietate tehnologică a oţelurilor care se caracterizează prin adîncimea de pătrundere a călirii. Prin răcirea bruscă a unei piese de oţel încălzite în domeniul austenitic, viteza maximă de răcire se va obţine la suprafaţa piesei, spre interior răcirea producîndu-se cu viteză din ce în ce mai mică, din cauza conţinutului de căldură a piesei şi a conductibilităţii termice reduse. Astfel va rezulta o structură martensitică numai pînă la adîncimea la care viteza de răcire este mai mare ca viteza critică de călire (V_{cr}), mai spre miez obţinîndu-se o cantitate din ce în ce mai mare de constituenţi structurali perlitici (troostită, sorbită etc.). Ca urmare şi duritatea piesei în secţiunea transversală va scădea de la o anumită adîncime (fig.24.1). Deoarece în practică este greu de apreciat pînă la ce adîncime structura este complet martensitică, adîncimea de călire a oţelurilor de construcţii se consideră pînă la zona semimartensitică, unde structura este formată din 50 % martensită şi 50 % troostită. Duritatea zonei semimartensitice pentru oţeluri carbon şi oţeluri slab aliate este dată în tab.24.1. La oţelurile de scule adîncimea de călire se consideră pînă la zona de 100 % martensită (eventual cu austenită reziduală).

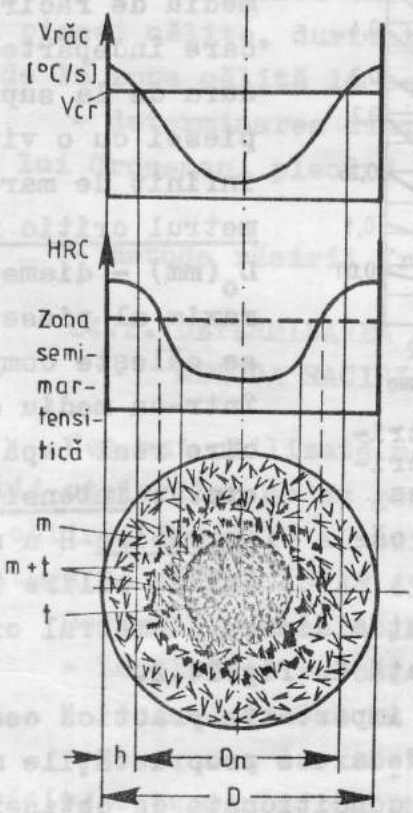


Fig.24.1. Variaţia vitezei de răcire ($V_{răc}$), a durităţii HRC şi a structurii în secţiunea unei piese cilindrice călite

Tabelul 24.1

Duritatea zonei semimartensitice cu structură formată din 50% martensită şi 50% troostită

Conţinutul de carbon (%)	Duritatea HRC	
	oţel carbon	oţel aliat
0,08 - 0,17	-	25
0,18 - 0,22	25	30
0,23 - 0,27	30	35
0,28 - 0,32	35	40
0,33 - 0,42	40	45
0,43 - 0,52	45	50
0,53 - 0,62	50	55

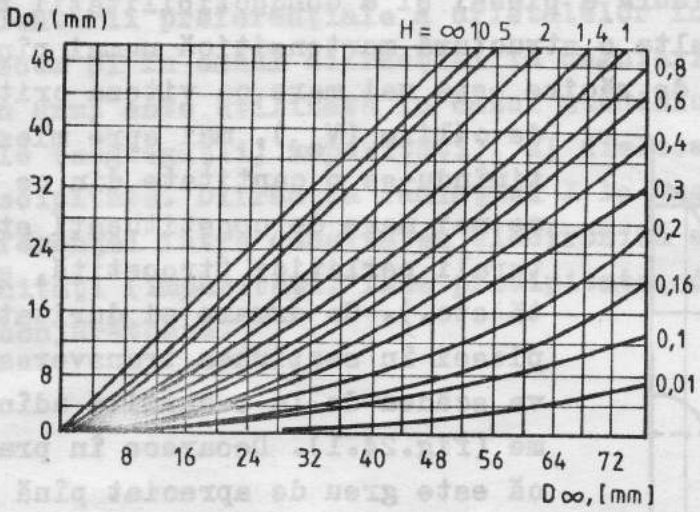


Fig.24.2. Corelaţia dintre diametrul critic ideal (D_∞), diametrul critic real (D_o) şi intensitatea de răcire (H) a mediului de călire

Pentru caracterizarea călibilităţii oţelurilor se utilizează noţiunile: adîncimea de călire h (mm) - distanţa între suprafaţa piesei călite şi zona semimartensitică; raportul D_n/D dintre diametrul miezului necălit şi diametrul piesei; diametrul critic ideal D_∞ (mm)- diametrul maxim al piesei care se căleşte complet într-un mediu de răcire ideal, care îndepărtează căldura de la suprafaţa piesei cu o viteză infinit de mare; diametrul critic real D_o (mm) - diametrul maxim al piesei care se căleşte complet într-un mediu de răcire real (apă, ulei etc.); intensitatea de răcire H a mediului de călire în raport cu apa de 20°C (tab.24.2). Corelaţia dintre diametrul critic ideal şi diametrul critic real este dată în fig.24.2.

Dintre factorii de mai sus, importanţa practică cea mai mare o are diametrul critic real D_o, deoarece proprietăţile mecanice optime ale pieselor călite sînt condiţionate de obţinerea structurii martensitice pe toată secţiunea transversală. Ca urmare, la proiectare şi în execuţie trebuie avut în vedere faptul că diametrul piesei care urmează să fie călită (D_p) să fie mai mic sau cel puţin egal cu diametrul critic real ($D_p \leq D_o$).

Tabelul 24.2

Intensitatea de răcire H pentru diferite medii

Condiţii de răcire	Mediul de răcire			
	aer	ulei	apă	soluţii cu apă
mediu liniştit	0,02	0,25 - 0,30	1,0	2,0
agitare slabă	-	0,30 - 0,35	1,0 - 1,1	2,1-2,2
agitare moderată	-	0,35 - 0,40	1,2 - 1,3	-
agitare accentuată	-	0,40 - 0,50	1,4 - 1,5	-
agitare puternică	-	0,50 - 0,80	1,6 - 2,0	-
agitare violentă	-	0,80 - 1,1	4,0 - 6,0	5,0-7,5

Călibilitatea oţelurilor poate fi determinată prin mai multe metode:

- examinarea suprafeţei de rupere transversale a piesei călite, care are un aspect sticlos în zona unde structura este martensitică şi este grăunţoasă sau fibroasă unde nu este călită;
- determinarea variaţiei durităţii pe secţiunea transversală a piesei călite, duritatea prezentînd o scădere bruscă la trecerea de la zona călită la cea necălită;
- determinarea diametrului critic ideal, cu ajutorul relaţiei lui Grossman, plecînd de la conţinutul de elemente din oţeluri;
- metoda răcirii frontale.

24.2. DETERMINAREA CALIBILITATII OTELURILOR PRIN METODA RACIRII FRONTALE (METODA JOMINY)

Cea mai utilizată metodă practică de determinare a călibilităţii oţelurilor de uz general şi a oţelurilor aliate, este metoda călirii frontale a unei epruvete cilindrice încălzite la temperatura de călire (STAS 4930-80).

Determinarea călibilităţii constă în:

- încălzirea probei la temperatura de călire;
- răcirea probei la unul din capete cu un jet de apă;
- măsurarea durităţii de-a lungul generatoarei de la capătul răcit, determinînd călibilitatea după variaţia durităţii.

Epruveta pentru determinarea călibilităţii are formă cilindrică cu diametrul de 25 mm şi lungimea de 100 mm, avînd la unul din capete o flanşă (guler) de Ø 28-32 mm pentru fixarea rapidă în

dispozitivul de răcire frontală (fig.24.3). In cazul materialelor cu diametrul mai mic de 28 mm, se vor realiza epruvete cu cap de prindere filetat sau nituit. Epruvetele, în număr de cel puţin două pentru o încercare, se prelucrează prin strunjire fină în sens longitudinal faţă de direcţia de laminare, din bare sau semifabricate în stare de livrare (laminat, forjat, normalizat sau recopt).

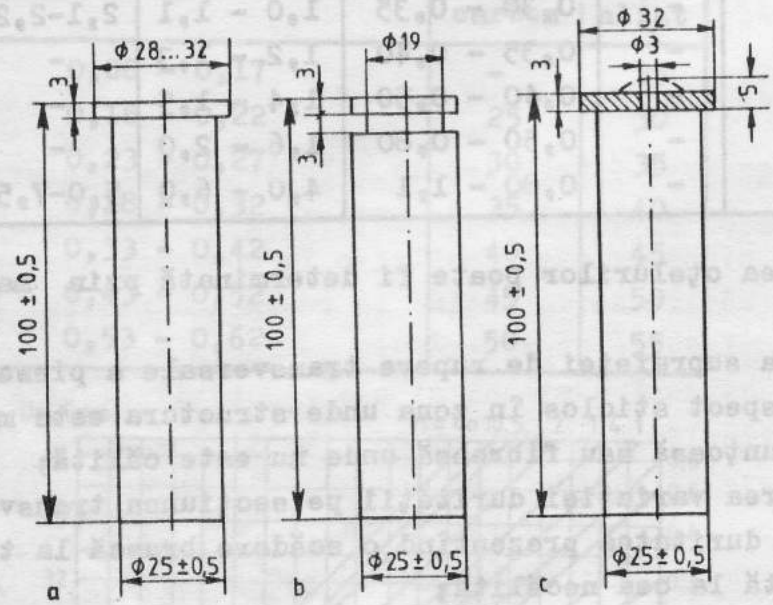


Fig.24.3. Epruvete standardizate pentru determinarea călibilităţii prin metoda răcirii frontale

Dacă materialul este prea dur pentru strunjire, se poate aplica un tratament termic de normalizare sau recoacere de înmuiere. La produse cu grosimea sau diametrul de 40-150 mm, materialul se reforjează la diametrul de 40 mm şi epruveta se prelucrează din această bară. Pentru piese turnate de oţel, se pot folosi şi epruvete executate din bare turnate concomitent cu piesa şi bară pentru analiza chimică. Suprafaţa frontală care se supune călirii se prelucrează prin polizare, şlefuire sau rectificare la o rugozitate de R_a 5 (STAS 5730/2-75), marcarea epruvetei realizîndu-se pe capătul cu guler.

Incălzirea epruvetelor se face uniform, asigurînd condiţiile necesare evitării carburării, decarburării sau formării de oxizi, prin realizarea unei atmosfere neutre în cuptorul de încălzire sau prin împachetarea epruvetelor în cutii de oţel moale în care se pune şpan de fontă sau grafit.Temperatura de încălzire se alege conform standardului de produs sau din datele prezentate în tabelul 24.3. Timpul de menţinere la temperatura de călire este de 30 ± 5 min.

Călirea frontală a epruvetelor se realizează cu ajutorul unui dispozitiv de răcire cu jet de apă, a cărui schemă este prezentată în fig.24.4. Epruveta incandescentă prinsă cu un cleşte este introdusă în orificiul suportului ceramic (1) al dispozitivului,

Tabelul 24.3

Temperaturile de încălzire pentru călirea frontală a diferitelor oţeluri

Grupe de oţeluri	Conţinutul de carbon (%)	Temperatura în °C
Oţeluri carbon, oţeluri aliate cu Cr-Mn, Cr-Mo, Cr-Ni-Mo, pînă la 1,25% Cr şi 2% Ni	pînă la 0,25 0,25 - 0,36 0,37 - 0,55 0,56 - 0,90	900 870 840 820
Oţeluri aliate cu Si, Mn-Si, Cr-Mn-Si, Cr-V, Cr-Mn-V, Cr-Mo-V	0,15 - 0,24 0,25 - 0,44 0,45 - 0,65	900 880 870
Oţeluri aliate cu Cr-Mn-Ti, Cr-Mn-Mo	pînă la 0,30	900

avînd grijă ca suportul să fie uscat. Suportul trebuie să asigure o centrare exactă a epruvetei asupra orificiului, precum şi o aşezare stabilă şi sigură în timpul răcirii cu apă. Acţionînd asupra robinetului cu deschidere rapidă (4), prin conducta de 12,5 mm se formează un jet de apă cu înălţime liberă de 65 mm, care produce răcirea suprafeţei frontale a epruvetei aflate la distanţa de 12,5 mm de la orificiul conductei cu apă. Rezervorul tampon (2) cu conducta de supraplin (3) asigură înălţimea constantă de 65 mm a jetului de apă. Lungimea segmentului drept al conductei de ieşire a apei (5), înaintea orificiului de ieşire, trebuie să fie de cel puţin 50 mm lungime pentru o curgere liniară fără turbioane a apei, evitînd umezirea suprafeţei laterale cilindrice a epruvetei răcite. Apa folosită se adună în bazinul de colectare (6), de unde este condusă la canal. Temperatura apei în conductă la intrare trebuie să fie de 5...30°C. Timpul între scoaterea epruvetei din cuptor şi începutul răcirii cu apă

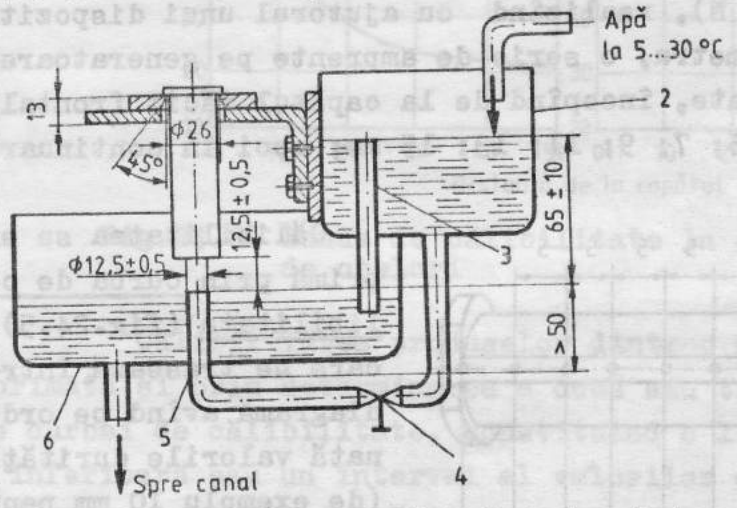


Fig.24.4. Schema dispozitivului de răcire frontală

nu poate să fie mai mare de 5 s. Durata răcirii frontale este de 10 minute, după care epruveta poate fi răcită complet în aer sau apă.

Pentru măsurarea durităţii se pregătesc prin polizare sau rectificare două feţe longitudinale paralele, pe întreaga lungime a epruvetelor călite, adîncimea de prelucrare fiind de 0,4 - 0,5 mm. La prelucrarea feţelor se va aplica o răcire abundentă cu apă, pentru evitarea încălzirii locale care să modifice microstructura sau duritatea suprafeţelor prelucrate. Pentru verificare, epruveta rectificată se spală cu apă caldă, se introduce într-o soluţie de 5% HNO_3 în apă, pînă se produce înnegrirea suprafeţei prelucrate, apoi din nou se spală cu apă şi se introduce într-o soluţie de 50% HCl în apă, pentru un timp de 2-3 s. Proba din nou spălată cu apă caldă şi uscată în aer nu trebuie să prezinte pe feţele rectificate pete întunecate care să indice că s-a produs o revenire a structurii iniţiale de călire.

Se determină duritatea HRC (cu o sarcină de 1470 N) sau HV (cu o sarcină de 294 N), realizînd cu ajutorul unui dispozitiv de avans montat de durimetru, o serie de amprente pe generatoarele celor două feţe prelucrate, începînd de la capătul răcit frontal, la distanţă de 1,5; 3; 5; 7; 9; 11; 13; 15 mm; apoi în continuare din 5 în 5 mm.

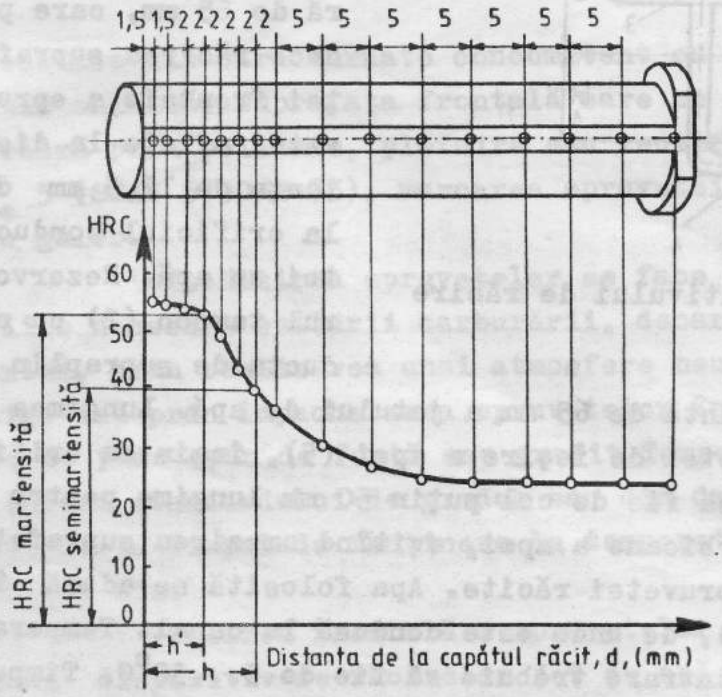


Fig.24.5. Dispunerea amprentelor de duritate şi construirea curbei de călibilitate

Călibilitatea se exprimă prin curba de călibilitate (fig.24.5), care se trasează într-o diagramă avînd pe ordonată valorile durităţii (de exemplu 10 mm pentru 5 unităţi HRC sau 50 HV), iar pe abscisă distanţa "d" de la capătul răcit (10 mm pentru 5 mm distanţă d). Ca valoare a durităţii la o anumită distanţă d, se ia valoarea medie a rezultatelor obţinute pe ambele feţe prelucrate ale epruvetei.

Pentru o marcă de oţel poate fi prezentată curba limită inferioară, peste care trebuie să se afle toate rezultatele de duritate, curba limită superioară sau banda de călibilitate în care caz valorile măsurate ale durităţii trebuie să fie plasate între curbele limită sau pe ele. Banda de călibilitate pentru cîteva mărci de oţeluri este prezentată în fig.24.6.

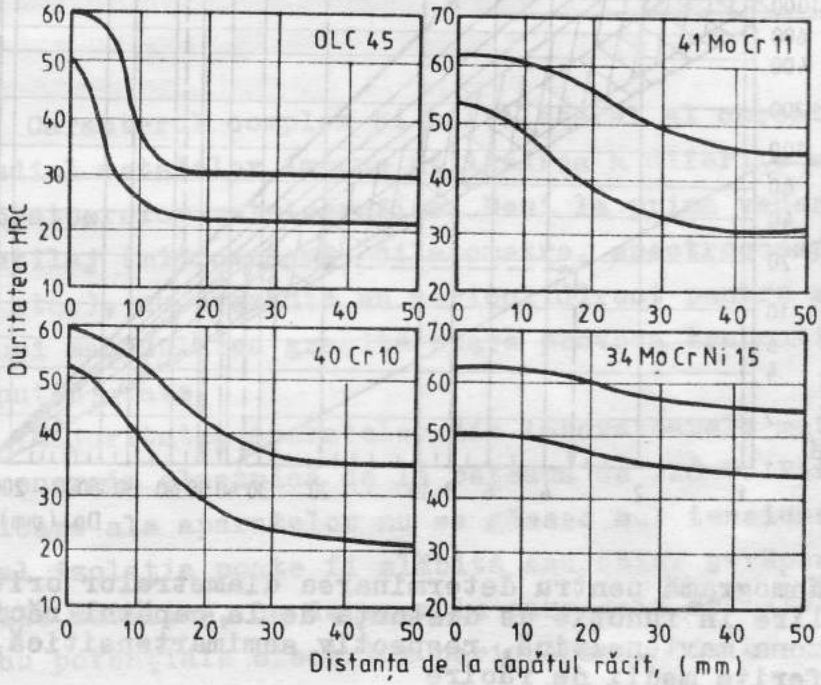


Fig.24.6. Banda de călibilitate la diferite mărci de oţeluri

Călibilitatea produselor dintr-o marcă de oţel poate fi exprimată şi prin determinarea a două sau trei puncte de duritate ale curbei de călibilitate, constituind o limită superioară, limită inferioară sau un interval al valorilor durităţii. In acest caz caracterizarea călibilităţii se poate face fie prin impunerea unei anumite distanţe de la faţa răcită pentru o valoare dată a durităţii, fie prin impunerea unei anumite durităţi pentru o distanţă prescrisă de la faţa răcită.

Caracteristicile produselor pot fi exprimate şi prin indicele de călibilitate J şi două grupe de cifre, reprezentînd distanţa d de la capătul răcit şi valoarea durităţii HRC sau HV:

J d-HRC; J d-HV

Dacă se ia în considerare duritatea zonei semimartensitice la oţelurile de construcţii sau duritatea martensitei la oţelurile de scule, curba de călibilitate permite determinarea

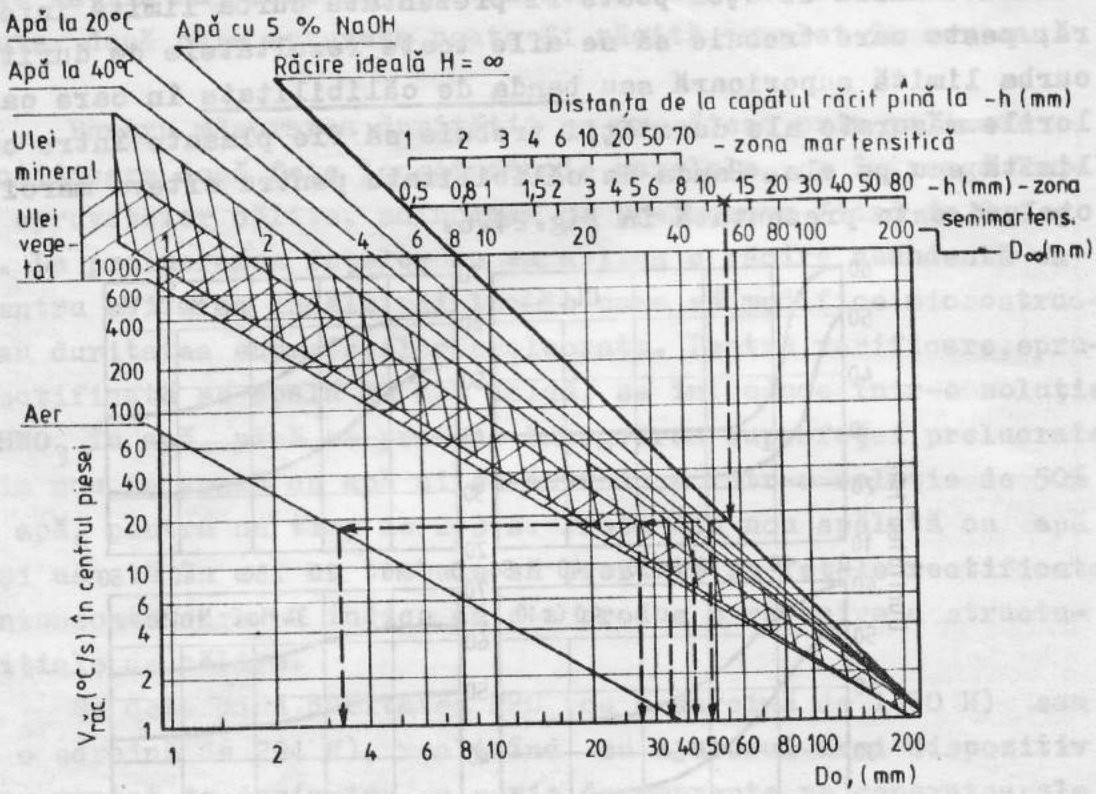


Fig.24.7. Nomogramă pentru determinarea diametrelor critice de călire în funcţie de distanţa de la capătul răcit pînă la zona martensitică, respectiv semimartensitică, pentru diferite medii de răcire

adîncimii de călire h, care apoi cu ajutorul nomogramei Blanter conduce la determinarea diametrului critic real, în funcţie de mediul de călire (fig.24.7). In toate cazurile trebuie specificate marca şi numărul şarjei, compoziţia chimică a oţelului, mărimea grăuntelui austenitic, temperatura de austenitizare, timpul de menţinere, starea iniţială a materialului şi metoda de prelevare a epruvetei.

25

NOTIUNI DE PROTECTIA MUNCII IN LABORATOARELE DE METALOGRAFIE

Caracterul complex şi multilateral al cercetărilor legate de studiul metalelor impune utilizarea a diferite aparate specifice laboratoarelor metalografice. Deşi la prima vedere deservirea acestui utilaj (microscoape, dilatometre, spectroscoape, aparate roentgen etc.), nu prezintă un pericol direct pentru sănătatea omului, totuşi manipularea greşită poate provoca traumatisme mai mult sau mai puţin grave.

Majoritatea aparatelor din laboratoarele metalografice folosesc energia electrică de la reţeaua de 220 V. Părţile metalice exterioare ale aparatelor nu se găsesc sub tensiune, însă în mod accidental izolaţia poate fi slăbită sau chiar străpunsă. De asemenea părţile metalice, ca de exemplu carcasele aparatelor, se pot încărca cu potenţiale electrice periculoase. Din aceste motive este obligatorie executarea punerii la pămînt pentru protecţia părţilor metalice ale aparatelor care pot veni în contact cu cel care lucrează. De altfel şi în cazul laboratoarelor metalografice trebuie respectate toate regulile de protecţia muncii privind instalaţiile electrice de joasă tensiune.

25.1. STUDIUL MICROSCOPIC

Majoritatea lucrărilor din laboratoarele metalografice sînt cercetări vizuale ale structurii metalelor executate cu ajutorul microscoapelor metalografice. Lumina puternică şi concentrată din tubul ocularului, strălucirea detaliilor imaginii precum şi forţarea ochiului pentru a deosebi cît mai multe amănunte structurale, solicită puternic terminaţiile nervoase ale retinei ochiului. Dacă nu se iau măsuri de protecţie din timp, suprasolicitarea îndelungată a ochiului duce la ectica nervilor vizuali, care poate să meargă pînă la pierderea completă a vederii. Solicitarea ochiului prin privirea îndelungată a unui obiectiv luminos aflat aproape de ochi la o distanţă constantă duce la miopie cronică.

Pentru a reduce efectul dăunător al imaginii luminoase, la studiul vizual prin ocularul microscopului se recomandă utilizarea surselor de lumină cît mai slabe. Microscoapele metalografice moderne sînt în general înzestrate sau cu o sursă de lumină slabă pentru cercetări vizuale (MIM-3, Zeiss Neophot, Reichert MeF etc.), sau cu surse de lumină cu intensitate variabilă (MIM-7, PMT-3, Reichert MeF etc.). In cazul din urmă se va lucra cu intensitatea de lumină cea mai mică. La acele microscoape la care nu există altă posibilitate, reducerea luminozităţii imaginii se poate realiza prin închiderea peste valoarea necesară a diafragmei de apertură (desigur fără ca să reducă prea mult puterea rezolutivă a sistemului optic) sau prin modificarea poziţiei lentilei condensoare. Dacă intensitatea luminoasă este prea mare şi strălucirea imaginii este prea puternică, se impune utilizarea filtrelor de culori. Microscoapele în general sînt înzestrate cu filtre de culoare cenuşie sau verde, care se pot introduce în calea razelor de lumină în sistemul de iluminare sau se pot monta pe ocularul microscopului. Utilizarea filtrelor cenuşii este obligatorie în cazul punerii la punct a imaginii în vederea fotografierii, cînd este cuplată sursa de lumină de intensitate mare (bec de protecţie, arc electric etc.). La întrebuinţarea surselor de lumină de tipul arcului electric sau la lămpi cu vapori de mercur este obligatorie filtrarea razelor la ieşirea din camera sursei de lumină cu ajutorul filtrelor ultraviolete. La microscoape cu raze ultraviolete trebuie să se mascheze drumul razelor de lumină din sistemul de iluminare, pentru ca acestea să nu ajungă în ochiul cercetătorului. De asemenea pe ocularul microscopului, în vederea reglării imaginii, se va aplica un filtru special pentru raze ultraviolete.

Solicitarea ochiului se poate foarte mult micşora prin îmbunătăţirea condiţiilor de lucru. Astfel, de exemplu microscopul trebuie să fie în aşa fel amplasat, ca iluminarea încăperii să fie laterală faţă de direcţia tubului ocularului. Microscoapele trebuie aşezate pe mese speciale care să asigure înălţimea ocularului la nivelul ochiului cercetătorului (1100-1200 mm de jos). Scaunul cu înălţime reglabilă permite o cercetare comodă.

De asemenea se recomandă utilizarea binocularelor chiar şi la cercetările cele mai simple. Dacă microscopul nu este înzestrat cu binocular, este bine ca în timpul privirii în ocular cu un ochi, ochiul celălalt să nu fie închis. In timpul cercetării, observarea structurii să se facă în intervale scurte, cu pauze, în care ochiul să se odihnească prin privire la distanţă.

Recomandări asemănătoare se pot face şi în cazul cercetărilor vizuale cu alte aparate optice (microdurimetre, microscoape electronice , spectroscoape etc.).

25.2. STUDIUL SPECTROSCOPIC SI AL STRUCTURII RETICULARE

In timpul cercetărilor la spectroscoape metalografice trebuie să se ţină cont de prezenţa unui arc electric generat de un curent de înaltă tensiune (10.000 - 20.000 V). Din acest motiv se va verifica în mod special punerea la pămînt a tuturor părţilor metalice care vin în contact cu cercetătorul. Legăturile şi conductele care se găsesc sub înaltă tensiune trebuie să fie controlate periodic în privinţa calităţii contactelor şi a izolaţiei. Contra razelor de lumină ultraviolete emise în arcul electric, spaţiul înconjurător trebuie apărat cu ajutorul ecranelor de protecţie.

Aparatele roentgen pentru structura reticulară lucrează în general cu tensiune anodică relativ mică (20 - 80 kV), razele emise fiind astfel mai moi, cu o pătrundere mai mică. Totuşi şi aceste aparate trebuie plasate în încăperi separate, etanşate cu plăci de plumb cu grosime de 1 mm sau alt material cu absorbţie echivalentă cu acestea. Dacă aparatele funcţionează prin ridicarea curbelor de intensitate cu ajutorul camerelor de ionizare, nu este necesară amenajarea camerei de lucru. Dacă se lucrează prin identificarea liniilor de reflexie cu ajutorul filmelor fotosensibile, în timpul expunerii încăperea trebuie să fie părăsită, închisă,iar funcţionarea aparatului semnalizată. In acest caz camera de lucru trebuie să fie înzestrată cu un ventilator, care să permită schimbarea atmosferei în timp de 6 minute.

25.3. CONFECTIONAREA PROBELOR METALOGRAFICE

O mare parte din lucrările efectuate în laboratoarele de metalografie sînt lucrări de confecţionare a probelor metalografice. In prima fază, degroşarea suprafeţei plane se face pe partea frontală a pietrelor de polizor. Pentru evitarea accidentelor se vor respecta regulile de protecţia muncii privind lucrul la polizoare: se vor utiliza ochelari de protecţie, piatra va fi acoperită cu un apărător etc. In scopul protejării degetelor, probele mai mici vor fi prinse în dispozitive speciale sau în menghine de mînă, avînd o grijă deosebită ca în timpul lucrului să nu se încălzească.

In procesul de şelfuire a probelor pericolul cel mai mare pentru sănătatea omului îl prezintă praful abraziv sau metalic desprins de pe hîrtia de şlefuit şi probă, antrenat de discul maşinii de şlefuit. Praful poate produce îmbolnăvirea de silicoză şi este dăunător pentru aparatele aflate în laborator. Din aceste motive se recomandă amplasarea maşinilor de pregătit probe metalografice în încăperi separate, înzestrate cu ventilatoare. Eliminarea cea mai bună a prafului abraziv se poate realiza prin întrebuinţarea maşinilor de şlefuit care permit şlefuirea umedă prin spălarea discului cu ajutorul unui jet de apă. Astfel circa 90 % din praful abraziv format este antrenat de apă şi eliminat, ceea ce contribuie şi la ridicarea calităţii procesului de şlefuire.

Operaţia de lustruire mecanică nu prezintă pericol deosebit pentru executant, în afară de posibilitatea smulgerii probelor din mînă. Discul de lustruire avînd o turaţie mare imprimă probelor viteze mari, putîndu-se provoca lovituri la cei care stau în apropiere. Pentru evitarea smulgerii probelor, acestea trebuie să aibă muchiile rotunjite în prealabil; prinderea corectă, apăsarea cu o forţă mică a probelor, reduc de asemenea posibilitatea scăpării lor. Maşinile de lustruit trebuie să fie prevăzute cu apărătoare de tablă, care să reţină probele scăpate.

25.4. ATACUL PROBELOR METALOGRAFICE

In laboratoarele metalografice trebuie luate măsuri de protecţia muncii la păstrarea reactivilor, a acizilor concentraţi, la confecţionarea soluţiilor de acizi, alcalii şi săruri precum şi la utilizarea lor la atacul probelor. O atenţie deosebită trebuie să se acorde lustruirii şi atacului electrolitic. De asemenea este importantă respectarea prevederilor de protecţia muncii la neutralizarea soluţiilor utilizate, în cazul substanţelor toxice, inflamabile şi explozive. Localul laboratorului unde se păstrează şi se întrebuinţează reactivi, urmează să fie ventilat, nepermiţîndu-se ridicarea peste valoarea admisibilă a concentraţiei gazelor vătămătoare şi inflamabile (tab.25.1).

Păstrarea reactivilor. In laboratoare să nu se păstraze contităţi mai mari de acizi decît cele necesare pentru 2-3 zile. Cantităţile mai mari se vor păstra în magazii speciale. Acizii puternici (HCl, HNO_3, H_2SO_4 etc.) vor fi păstraţi în recipiente de sticlă cu dop şlefuit, controlînd din timp în timp dacă nu există scăpări de gaze nocive. Substanţele higrosopice şi puternic

Tabelul 25.1

Concentraţiile admise ale diferitelor gaze nocive şi inflamabile în atmosfera laboratorului metalografic

Substanţa	Concentraţia admisă mg/l
Amoniac	0,02
Benzină	0,3
Benzen	0,1
Arsen şi compuşi	0,0003
Mercur	0,00001
Plumb	0,00001
Acid sulfuric	0,002
Acid fluorhidric	0,001
Acid clorhidric	0,01
Anhidridă cromică	0,0001
Acid cianhidric	0,0003
Eter etilic	0,3

mirositoare neapărat vor fi păstrate în recipiente bine închise şi cu dopuri parafinate. Reactivii care se descompun la lumină (acidul pirogalic, sărurile cromice etc.), vor fi păstraţi în întuneric, în sticle de culoare închisă. Acizii şi reactivii care atacă sticla (HF), trebuie păstraţi în recipiente de parafină. Substabţele toxice (KCN, HCN, $HgCl_2$, săruri de As etc.), se vor păstra obligatoriu sub cheie în dulapuri speciale închise ermetic.

Prepararea şi utilizarea reactivilor. Manipularea acizilor concentraţi se va face numai în nişe cu ventilaţie puternică, utilizîndu-se neapărat ochelari de protecţie, mănuşi şi şorţuri de cauciuc. Totdeauna acidul se va turna în diluant şi nu invers.Cînd atacul chimic se execută utilizînd soluţii şi materiale uşor inflamabile (spirt, eter, benzină, alcool, benzen etc.), în încăperea laboratorului nu se vor ţine becuri de gaz sau plite electrice de încălzire în funcţiune. Se asemenea fumatul este interzis.

La prepararea şi întrebuinţarea cîtorva reactivi se formează substanţe explozive. Astfel, picratul de sodiu neutru trebuie ferit de lovituri şi surse de flacără. La întrebuinţarea acidului azotic alături de glicerină, la atacurile electrolitice, se poate forma nitroglicerină.

In timpul atacului la cald al probelor se pot forma vapori vătămători, ca de exemplu ai fluorurilor, clorurilor etc. In aceste cazuri, precum şi la întrebuinţarea substanţelor toxice (cianura de sodiu, sărurile arsenului etc.), sau a soluţiilor concentrate de acizi puternici, atacul se va face sub exhaustor.

Lustruirea şi atacul electrolitic. La atacurile electrolitice, nerespectarea condiţiilor optime de lucru, duce foarte uşor la explozia reactivilor în funcţiune. Astfel, acidul percloric este extrem de exploziv în prezenţa de substanţe organice. In timpul atacului se va face o răcire abundentă a recipientului, ca temperatura acestuia să nu se ridice peste 30°C. Electroliţii se prepară cu precauţie, la rece, iar atacul se va executa cu o densitate medie a curentului electric. Acidul cromic şi acidul fluorhidric sînt mai puţin periculoşi, fiind totuşi vătămători. Cu aceste materiale se lucrează la temperaturi scăzute, cu ventilaţie puternică şi aplicarea dispozitivelor individuale de protecţie. Intrebuinţarea acizilor: azotic, sulfuric, fosforic, impune de asemenea ventilaţia locului de muncă.

STANDARDE REFERITOARE LA METALOGRAFIE

782-79	Defectele pieselor turnate. Clasificare şi terminologie
1456/2-74	Oţeluri pentru rulmenţi. Determinarea benzilor de carburi. Metoda microscopică
1456/3-74	Oţeluri pentru rulmenţi. Determinarea microporozităţilor. Metoda microscopică
2500/1-80	Tratamente termice. Aliaje fier-carbon. Terminologie
4203-74	Luarea şi pregătirea probelor metalografice
4930-80	Determinarea călibilităţii oţelurilor prin metoda răcirii frontale (Jominy)
5000-73	Metalografie. Constituenţi şi structuri. Terminologie
5490-80	Metode de punere în evidenţă şi de determinare microscopică a mărimii grăuntelui în oţeluri
5500-74	Metalografie. Defecte. Terminologie
5949-80	Determinarea incluziunilor nemetalice din oţeluri. Metoda microscopică
5949/2-83	Idem. Metode automate
5998-78	Metoda de punere în evidenţă şi scările etalon pentru porozitatea oţelurilor
6092/1-83	Piese forjate din oţel. Clasificarea şi terminologia defectelor
6258-73	Metode de determinare a adîncimii stratului decarburat la oţeluri
6656-80	Defectele produselor laminate, extrudate şi trase din oţel. Clasificare şi terminologie
6905-85	Structuri şi scări etalon pentru fonte turnate în piese
7084/1-81	Defectele îmbinărilor sudate prin topire. Clasificare şi terminologie
7084/2-82	Defectele îmbinărilor sudate prin presiune. Clasificare şi terminologie
7084/3-86	Defectele îmbinărilor sudate. Fisuri. Clasificare şi terminologie
7235-80	Adîncimea stratului cementat la oţeluri. Metode de determinare

7501-66	Analiză dilatometrică. Determinarea punctelor critice şi coeficienţilor de dilatare liniară ai oţelurilor
7626-78	Microstructuri. Scări etalon pentru oţeluri
7815-78	Determinarea fulgilor în oţeluri
7839-67	Determinarea segregaţiilor de sulf prin amprenta Baumann
7930-67	Metoda de determinare macroscopică a mărimii grăuntelui austenitic după aspectul rupturii
8264/1-83	Aliaje dure sinterizate. Determinarea metalografică a porozităţii şi carbonului liber
8264/2-83	Idem. Determinarea metalografică a microstructurii
10.013-75	Metale şi aliaje neferoase. Metode pentru determinarea mărimii grăuntelui
10.456-75	Determinarea conţinutului de fază alfa în oţelurile austenitice inoxidabile
10.552-76	Determinarea conţinutului de ferită delta în metalul depus la sudarea oţelurilor austenitice. Metoda microscopică
10.952/1-77	Analiza metalografică a îmbinărilor sudate prin topire
10.952/2-78	Analiza metalografică a îmbinărilor sudate prin presiune
11.961/1-83	Metode de punere în evidenţă şi apreciere a macrostructurii oţelurilor
11.961/2-83	Metodă microscopică de verificare a suprafeţei de rupere a oţelurilor
12.160-84	Determinarea stratului nitrurat
12.537-87	Examinarea suprafeţelor prin metoda replicii metalografice

BIBLIOGRAFIE

1. Arghir,G. Cristalografie. Institutul politehnic din Cluj-Napoca, 1982
2. Beckert,M. Klemm,H., Handbuch der metallograpischen Ätzverfahren.Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, ed.4-a, 1984
3. Berger, G. La dilatométrie différentielle appliquée à l'étude des aciers. Paris, Dunod, 1965
4. Bolhovitinov, N.F., Bolhovitinova, E.N. Atlas makro i mikrostruktur metallov i splavov. Moscova, Izdatelstvo "Maşinostroienie", 1964
5. Bückle, H. L'essai de microdureté et ses applications.Paris, Editions du Ministère de L'air, 1960
6. Colan, H. Studiul metalelor şi tratamente termice. Bucureşti, Editura Didactică şi Pedagogică, 1964
7. Colan, H., Filipescu, M., Bicsak, E. Studiul metalelor. Îndrumător pentru lucrări de laborator. Bucureşti, Editura Didactică şi Pedagogică, 1968.
8. Colan, H. Studiul metalelor. Institutul Politehnic din Cluj-Napoca, 1977.
9. Colan, H. Tudoran, P., Ailincăi, G., Marcu, M., Drugescu, E., Studiul metalelor. Bucureşti, Editura Didactică şi Pedagogică, 1983.
10. Domşa, A. şi alţii. Tehnologia fabricării pieselor din pulberi metalice. Bucureşti, Editura Tehnică, 1966.
11. Gâdea, S. şi alţii, Metalografie. Bucureşti, Editura Didactică şi Pedagogică, 1974.
12. Hannemann, H., Schrader, A. Atlas Metallographicus Bd.I,II, III/1. Berlin, Verlag Borntraeger, 1933, 1936, 1941. Bd.III/2. Düsseldorf, Verlag Stahleisen, 1952
13. Modin, H. S. Metallurgical Microscopy. London, Butter-