

Význam moderních laboratorních metod pro metalografii

Metalografie je *nauka o struktuře kovových materiálů*. Základní strukturální jednotkou v metalografii je fáze. Druh, množství, rozměry, tvar, způsob uspořádání fází a jejich některé topologické znaky patrné jako projev vnitřní stavby nebo chemické nestejnorodosti určují základní typ struktury a její specifické zvláštnosti.

Při komplexním popisu struktury je třeba všechny fáze, i ty, které leží pod rozlišovací schopností světelného mikroskopu, identifikovat, krystalograficky definovat, stanovit jejich chemické složení a objemový podíl a objasnit příčiny rozdílné leptatelnosti v rámci fází nebo rozměrnějších lokalit. K tomu účelu slouží všechny moderní lokální laboratorní techniky jako konvenční i řádkovací elektronová mikroskopie, rentgenová a elektronová difrakční fázová analýza, elektronová chemická mikroanalýza, Augerova elektronová mikroanalýza, difrakce pomalých elektronů, rtg. mikroskopie i další a metody kvantitativní metalografie uplatňované v návaznosti na světelnou i elektronovou mikroskopii a elektronovou mikroanalýzu. Tyto moderní laboratorní techniky, které umožňují studovat přímo určitou lokalitu vybranou při prohlídce světelným mikroskopem, dovolují při metalografických rozborech nahrazovat odhad jistotou a domněnku definicí.

Pro indikaci minoritních fází se zlepšily metodické podmínky zvětšením, rozlišovací schopnosti konvenčních prozařovacích elektronových mikroskopů a zavedením mikroskopické techniky na novém fyzikálním principu — řádkovací elektronové mikroskopie. Rozlišovací schopnost elektronových mikroskopů se zvětšila tak, že jimi lze získávat kvantitativní údaje o velikosti poruch a vzdálenostech mezi poruchami krystalové mřížky a o velikosti oblastí homogenních fází v mnohofázových strukturách (tab. 1). Tyto informace byly získávány

Tabulka 1 Přehled velikostních údajů o strukturálních charakteristikách

Rozměr (nm)	Strukturální charakteristika	Rozměr (nm)	Strukturální charakteristika
10^2 až 10^7	segregace po krystalizaci	0,2 až 1	tloušťka hranic zrn, vrstevné poruchy
10^3 až 10^4	rozměr zrna	0,5	segregace na poruchách krystalové mřížky
10^2	tloušťka Blochových stěn	0,1 až 0,5	rozměry vakancí
10^2 až 10^3	rozměr subzrn	0,1 až 0,5	nejbližší vzájemné vzdálenosti atomů
3	vzdálenost mezi vrstevnými poruchami		
3	vzdálenost mezi dislokacemi		
1 až 10^2	průměr koherentních oblastí		

dosud převážně nepřímými metodami, a to difrakcí rentgenových paprsků, elektronů a neutronů. Přednosti řádkovacího elektronového mikroskopu jsou v jednoduché preparační technice a v možnosti plynulého přechodu od nejmenších

do velkých zvětšení. Jeho výhody velké hloubky ostrosti a prostorového vjemu vynikají při studiu členitých povrchů a jsou neocenitelné při studiu struktury lomových ploch. Nově vyvíjené elektronové mikroskopy jsou víceúčelové, takže vybaveny bohatým příslušenstvím mohou sloužit jako mikroskopy analytické a umožňovat vedle detekce strukturních detailů i analýzu vybraného místa z hlediska krystalové struktury, chemického složení a podílu částic (oblastí) lišících se dostatečně kontrastem. Aplikací poznatků z automatizace se zjednodušila obsluha a údržba přístrojů. V oblasti teoretických studií dávají metalografii nové možnosti moderní emisní elektronové mikroskopy a základní výzkum má k dispozici iontový mikroskop a zdokonalené metody rentgenové mikroskopie. Iontový mikroskop se vyznačuje absolutně největší rozlišovací schopností a zobrazují se jím polohy samých atomů a vakancí v krystalové mřížce (tab. 2). Rentgenová mikroskopie se uplatňuje při studiu strukturních charakteristik projevujících se na větších plochách, jako jsou změny krystalografické orientace při deformaci kovů nebo při studiu dokonalých krystalů.

Tabulka 2 Přehled rozlišovacích schopností mikroskopů

Druh mikroskopu		Rozlišovací schopnost (nm)
Světelný mikroskop		300
Odrasový elektronový mikroskop		8 až 20
Emisní elektronový mikroskop		15 až 20
Řádkovací elektronový mikroskop		5
Transmisní elektronový mikroskop	řádkovací při použití fólií	3
	konvenční při použití otisků	1
	konvenční při použití fólií	0,3
Autoemisní elektronový mikroskop		2
Iontový mikroskop		0,2

Identifikace fází se provádí zpravidla elektronovou difrakcí na průchod, při níž se určují typ a parametry krystalové mřížky. Pracuje se obvykle na konvenčním elektronovém mikroskopu s fóliemi nebo replikami. Jednotlivé hrubé částice sekundárních fází touto cestou zpravidla identifikovat nelze, ale je možno identifikovat je alespoň podle chemického složení na elektronové mikrosondě nebo analytickém elektronovém mikroskopu. V blízké budoucnosti lze očekávat, že se budou takové úkoly řešit uplatněním Kosselovy rtg. difrakční techniky na elektronových mikrosondách a vysokonapěťových transmisních elektronových mikroskopech. Krystalovou strukturu oblastí o mezní velikosti $\approx 10\mu\text{m}$ lze studovat již nyní rtg. difrakcí za použití mikrofokusních rentgenek. Krystalová struktura povrchových vrstev, zatím ve větších oblastech, se studuje pomocí difrakce pomalých elektronů na speciálních difraktografech.

Zcela nové možnosti poskytují metalografii lokální metody chemické

mikroanalýzy. Využívají se nejen pro identifikaci fází, jak již bylo naznačeno, ale také pro studium segregáčních jevů a difúzních pochodů. Mezní objemy kolem $1 \mu\text{m}^3$ lze chemicky analyzovat rtg. spektrální mikroanalýzou na elektronových mikrosondách. Tyto přístroje dovolují po složité korekci naměřených dat provádět kvantitativní analýzu jednoduchým a rychlým způsobem, potom operativně porovnávat koncentrace prvků na ploše nebo v linii a zjištěné rozdíly zobrazovat, např. i v dvojexpozici se strukturou. Je také možná spektrální analýza. Analyzovat lze všechny prvky počínajíc atomovým číslem 4, tj. berylliem. Na stejných principech lze analyzovat chemické složení částic nebo oblastí na prozařovacím nebo řádkovacím elektronovém mikroskopu, a to přímo, je-li takový mikroskop vybaven potřebným spektrometrem. Spektrometry takových analytických mikroskopů jsou jiné konstrukce. Nedovolují provádět analýzu s takovou přesností jako u jednoúčelových mikrosond, ale mají výhodu ve větší citlivosti k řadě prvků, takže analýzu lze provádět ještě z menší stopy (objemu).

Spojením řádkovacího elektronového mikroskopu se spektrometrem Augerových elektronů vznikly tzv. Augerovy řádkovací elektronové mikroskopy. Jsou určeny ke studiu chemického složení velmi tenkých několikaatomových vrstev. Metoda je mimořádně citlivá při detekci lehkých prvků a prostřednictvím fraktografie se využívá hlavně pro studium segregace na hranicích zrn. Stejně jako u mikrosondy je možná analýza v bodě, v linii nebo na ploše.

Dlouholeté snahy po kvantitativním vyjadřování podílu fází ve struktuře, které se nerozšiřovalo pro mimořádnou pracnost, vedly k zavedení automatických obrazových analyzátorů. Ve spojení se samočinným počítačem vyjadřují tyto přístroje procentuální podíl fází lišících se dostatečně kontrastem. Jsou schopny poskytovat distribuční křivku četnosti podle velikostního nebo tvarového kritéria i řady dalších způsobů statistického vyhodnocení měřených dat podle zadání operátora. Používají se ve spojení se světelnými a elektronovými mikroskopy i elektronovými mikrosondami, na nichž kvantifikují např. také plošné rozložení oblastí stejného chemického složení. Výsledky plošné analýzy je možno pomocí matematických modelů transformovat na prostorové uspořádání.

Některé z uvedených metod se v metalografii s výhodou uplatňují, zejména při studiu lomových ploch. Fraktografie jako disciplína metalografie tak např. pomáhá identifikovat sekundární částice, jež předurčují způsob šíření trhliny. Mohou být snadno vyextrahovány v replikách a podrobeny potom jak elektronové chemické mikroanalýze, tak i elektronové difrakční fázové analýze. Také segregace prvků na hranicích zrn pomocí Augerovy spektroskopie se výhodně studuje analýzou lomových ploch. Sama fraktografie se rozvíjí za použití konvenční elektronové mikroskopie ve spojení s replikační technikou a řádkovací elektronovou mikroskopií.

Tím, že metalografie jako jedna z mála disciplín materiálového a metalurgického výzkumu může předpovídat a vysvětlovat řadu vlastností praktického významu, stává se zdrojem informací důležitých pro výrobu a užití. Proto také získala klíčové postavení při objasňování příčin materiálových vad a technologických potíží během zpracování polotovarů a havárií strojních součástí i celých konstrukcí. V této souvislosti je třeba připomenout metodický pokrok dosažený na úseku nedestruktivní metalografické kontroly. Měly na něj vliv zkušenosti z elektronové mikroskopie; záleží v uplatňování replikační techniky při posuzování struktury a vad na povrchu rozměrných výrobků. Tyto techniky jsou vypracovány tak dokonale, že často z fotografie nelze rozhodnout, zda se dokumentace provedla přímo z výbrusu nebo nepřímo z repliky.

Každá z uvedených laboratorních metod přispívá svými specifickými možnostmi, které mají ovšem svá aplikační i technická omezení, k poznání

dějů, jež v kovových materiálech probíhají během krystalizace nebo v tuhém stavu, Protože se uplatňují i rozvíjejí na mimořádně nákladných zařízeních, jejichž údržba a provoz znamenají značné částky z rozpočtu laboratoří, je celospolečenským zájmem využívat moderní metalografické metody hospodárně. To znamená uplatňovat je sice komplexně, ale také uváženě, v míře nezbytně nutné a na předem přesně definovaném materiálu. Nejen operátoři, ale i řešitelé materiálových a fyzikálně metalurgických problémů, kteří v laboratořích vyžadují provedení náročných rozborů, by měli být podrobně seznámeni s principem všech používaných metod a s jejich praktickými možnostmi. K dosažení uvedeného cíle by měla přispět i tato publikace.