

## BADANIA MIKROSKOPOWE

### Cel ćwiczenia.

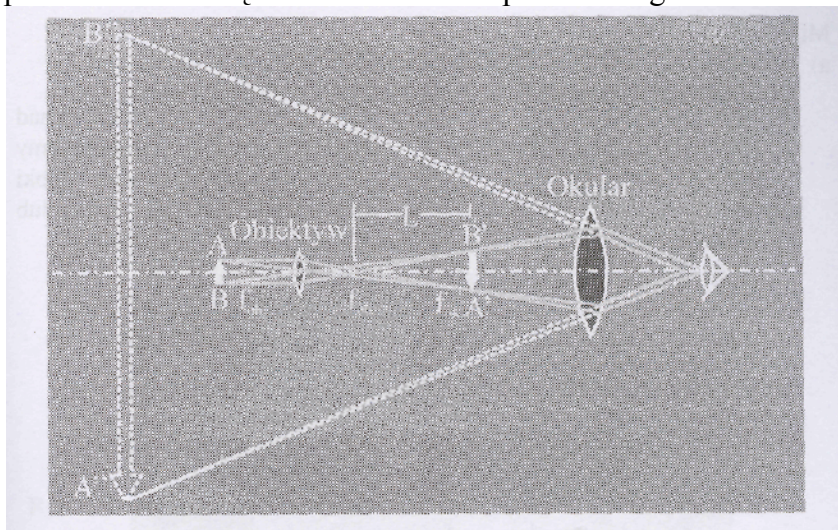
- Zapoznanie się z budową i obsługą mikroskopów metalograficznych
- Zapoznanie się z podstawowymi technikami mikroskopii metalograficznej światłnej
- Zapoznanie się z wyposażeniem do rejestracji obrazów mikroskopowych
- Nabycie umiejętności obserwacji mikroskopowej i oceny elementów strukturalnych na zglądach nietrawionych i trawionych różnymi odczynnikami.

### Wprowadzenie

Badania mikroskopowe polegają na pobraniu próbki z badanego wyrobu, wyszlifowaniu i wypolerowaniu wybranej powierzchni tj. wykonaniu tzw. zglądu metalograficznego, który po ewentualnym wytrawieniu poddaje się obserwacji mikroskopowej.

Celem badań metalograficznych na mikroskopie świetlnym jest ujawnienie struktury metali i ich stopów oraz wad niewidocznych okiem nieuzbrojonym. Pozwalają one na rozróżnienie składników strukturalnych i określenie ich morfologii, ilości, wymiarów i rozmieszczenia.

Schemat przedstawia zasadę działania mikroskopu świetlnego



Przedmiot oglądany AB jest powiększony przez obiektyw. Powstaje rzeczywisty obraz A'B', który w stosunku do okularu jest usytuowany w odległości  $< f_{ok}$ . Wobec tego, patrząc przez okular widzimy pozorny i powiększony obraz A''B''.

Powiększenie, które uzyskujemy w układzie obiektyw - okular możemy wyliczyć z poniższego wzoru:

$$M = \frac{L}{f_{ob}} \times \frac{d}{f_{oc}} = M_{ob} \times M_{oc}$$

gdzie :

- M- powiększenie mikroskopu
- $M_{ob}$  - powiększenie obiektywu
- $M_{oc}$  - powiększenie okularu
- L - długość tubusa
- $f_{ob}$  - ogniskowa obiektywu
- $f_{oc}$  - ogniskowa okularów
- d- stała = 250 mm - odległość dobrego widzenia dla oka ludzkiego.

# LABORATORIUM METOD I TECHNIK BADAŃ MATERIAŁÓW

## Ćwiczenie nr 4: Badania mikroskopowe.

Zakres powiększeń uzyskiwanych w mikroskopie zależy od zastosowanych obiektywów i okularów, i ma ograniczenia związane z prawami fizyki. Ograniczeniem jest zakres długości fal światła widzialnego.

Zależność rozdzielczości optycznej od długości fal światła widzialnego przedstawia wzór:

$$d \sin \alpha = n \lambda$$

gdzie:

$d$  - najmniejsza odległość między dwoma punktami możliwa do ujrzania w mikroskopie,

$\alpha$  - kąt aperturowy obiektywu,

$n$  - współczynnik załamania światła w danym medium (dla powietrza przyjmujemy  $n=1$ ),

$\lambda$  - długość fali świetlnej

Po przekształceniu;

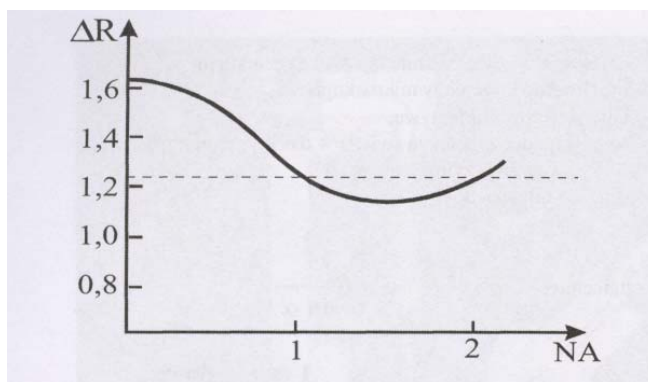
$$d = \lambda / \sin \alpha$$

W takim wypadku rozdzielczość

$$\Delta R = 1/d = \sin \alpha / \lambda$$

Z powyższego wzoru wynika, że im krótszy zakres fal światła widzialnego tym lepsza rozdzielczość. Ponieważ ludzkie oko dostrzega w dolnym zakresie barwy światło o długości fali ok. 340 nm., a maksymalny kąt aperturowy  $\alpha$  jaki możemy uzyskać wynosi około 72 stopni od normalnej, czyli około 144 stopni dla obiektywu. Stąd łatwo możemy wyliczyć granicę rozdzielczości, która wynosi około 4  $\mu\text{m}$  dla powietrza i około 2,5  $\mu\text{m}$  dla cieczy imersyjnych. Pewne techniki obserwacji i zastosowanie mikrofotografii pozwalają na osiągnięcie rozdzielczości uzyskiwanej na zdjęciu rzędu 1  $\mu\text{m}$ .

Zakres zdolności rozdzielczej zależy również od apertury numerycznej. Ilustruje to wykres, który pokazuje, że maksymalną rozdzielczość dwóch znajdujących się obok siebie punktów można uzyskać przy aperturze numerycznej równej 1,5 (w praktyce 1,40 dla obiektywów imersyjnych). Do uzyskania apertury numerycznej równej 1,40 konieczne jest zastosowanie medium w postaci olejku imersyjnego, który załamuje bieg promieni świetlnych. Powietrze jako medium pozwala w praktyce uzyskać w obiektywach suchych aperturę numeryczną równą 0,95.



Zależność zdolności rozdzielczej mikroskopu od apertury numerycznej.

Apertura numeryczna wyraża się wzorem:

$$A = n \sin \alpha$$

gdzie:

$n$  - współczynnik załamania światła,

dla powietrza  $n = 1,0002$  a dla olejku cedrowego  $n = 1,505$

$\alpha$  - kąt aperturowy obiektywu,

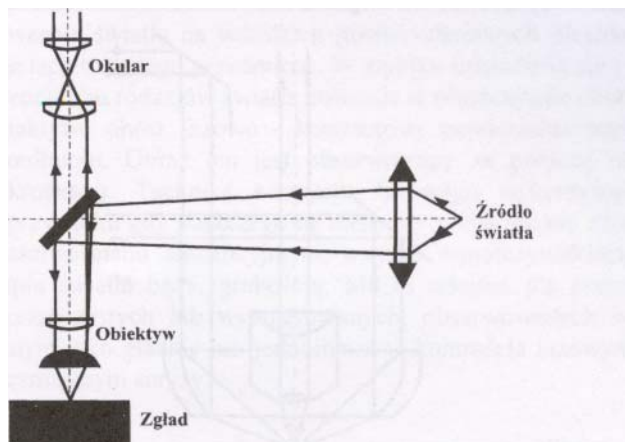
Stąd maksymalną rozdzielczość dla światła widzialnego, czyli w mikroskopach świetlnych, uzyskujemy przy powiększeniu rzędu 1500x. Oczywiście możemy uzyskiwać powiększenia większe przez zastosowanie dodatkowych soczewek, ale będzie to powiększenie liniowe nie dające lepszej rozdzielczości.

W mikroskopii świetlnej stosuje się następujące techniki obserwacji:

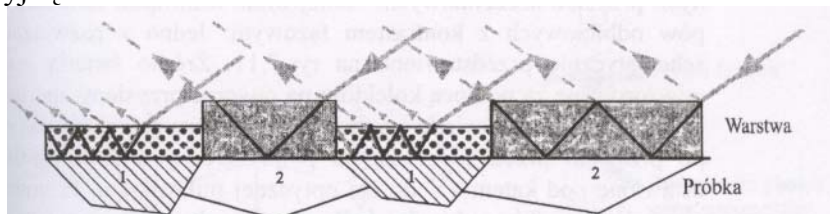
# LABORATORIUM METOD I TECHNIK BADAŃ MATERIAŁÓW

## Ćwiczenie nr 4: Badania mikroskopowe.

- *Jasne pole* - jest podstawową techniką obserwacji; polega na oświetleniu preparatu uformowaną przez kondensator wiązką promieni świetlnych w postaci stożka i wszystkie promienie tego stożka objęte aperturą obiektywu padają na preparat. Kontrast otrzymujemy w wyniku różnic w absorpcji i rozpraszaniu światła przez różne elementy oświetlanego preparatu.



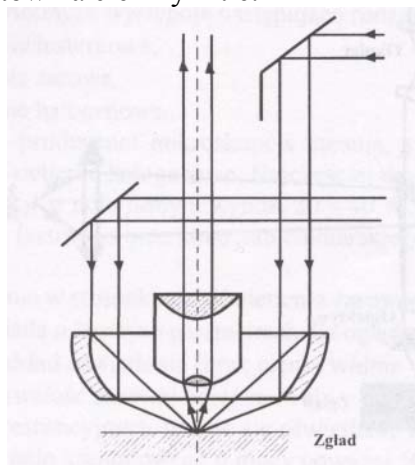
Bieg promieni świetlnych w mikroskopie w jasnym polu widzenia. Technika jasnego pola stosowana jest również do obserwacji preparatów z naniesioną warstwą interferencyjną - trawienie barwne.



1-faza "A" 2-faza "B"

Bieg promieni świetlnych w jasnym polu widzenia w próbce z naniesioną warstwą interferencyjną

- *Ciemne pole* - polega na oświetleniu bocznym preparatu, uzyskanym dzięki specjalnej konstrukcji kondensatora, formującego wiązkę światła prawie równoległą do powierzchni preparatu (wiązka światła rozproszonego). Stąd od brzegów elementów preparatu odbija się szczątkowe oświetlenie wiązki wychodzącej z kondensatora, a do obserwatora dociera obraz jasnych elementów na ciemnym tle.



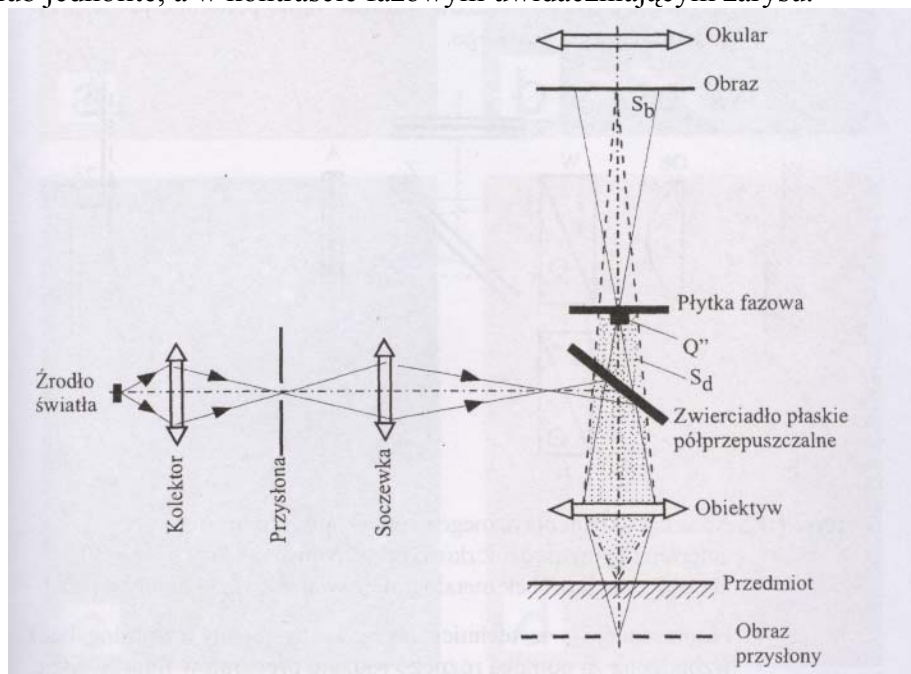
Bieg promieni świetlnych w mikroskopie w ciemnym polu widzenia.

- *Kontrast fazowy* - polega na zastosowaniu specjalnie dopasowanych przysłon szczelinowych. Istnieje kilka rozwiązań mikroskopów odbiciowych z kontrastem fazowym. Jedno z rozwiązań schematycznie przedstawiono na rysunku. Źródło światła jest odwzorowane za pomocą kolektora na otworze przysłony aperturowej oświetlacza. Światło

# LABORATORIUM METOD I TECHNIK BADAŃ MATERIAŁÓW

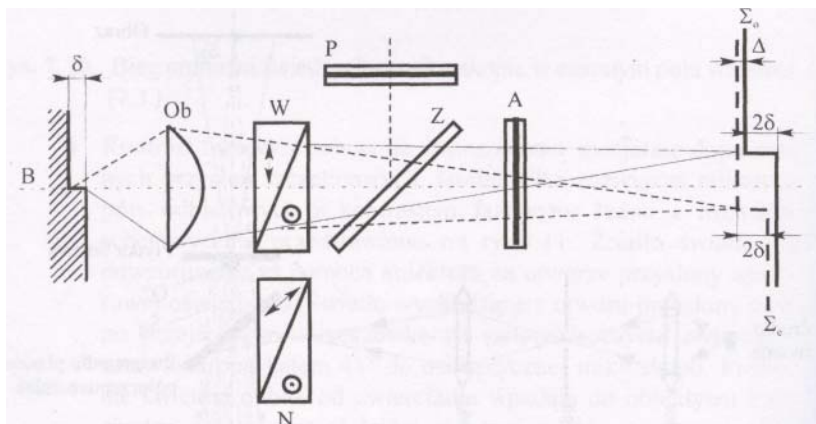
## Ćwiczenie nr 4: Badania mikroskopowe.

wychodzące z otworu przysłony pada, po przejściu przez soczewkę na półprzeźroczyste zwierciadło ustawione pod kątem  $45^\circ$  do osi optycznej mikroskopu. Promienie świetlne odbite od zwierciadła wpadają do obiektywu i wychodzą zeń w postaci lekko zbieżnej wiązki, tworzącej obraz otworu przysłony aperturowej poniżej obserwowanej powierzchni przedmiotu - zbieżność wiązki świetlnej wychodzącej z obiektywu jest podyktowana tym, aby światło bezpośrednie  $S_b$  skupiało się po odbiciu od przedmiotu poza półprzeźroczystym zwierciadłem. Takie rozwiązanie powoduje, że mamy do czynienia z dwoma rodzajami światła: bezpośrednim  $S_b$  wychodzącym jak gdyby z obrazu otworu przysłony aperturowej i skupiającym się w punkcie  $Q''$ , gdzie umieszczona jest płytka fazowa oraz ze światłem dyfrakcyjnym  $S_d$  powstającym w wyniku ugięcia i rozproszenia światła na wszelkich powierzchniowych niejednorodnościach badanego przedmiotu. W wyniku nakładania się i interferencji obu rodzajów światła powstaje w płaszczyźnie obrazowej obiektywu obraz fazowo - kontrastowy powierzchni badanego przedmiotu. Obraz ten jest obserwowany za pomocą okularu mikroskopu. Technikę kontrastu fazowego wykorzystuje się w przypadku gdy poszczególne elementy preparatu nie różnią się właściwościami absorbcyjnymi, a tylko współczynnikami załamania światła bądź, grubością. Ma to miejsce dla preparatów przezroczystych lub wypolerowanych, obserwowanych w polu jasnym jako gładkie lub jednolite, a w kontraście fazowym uwidaczniającym zarysu.



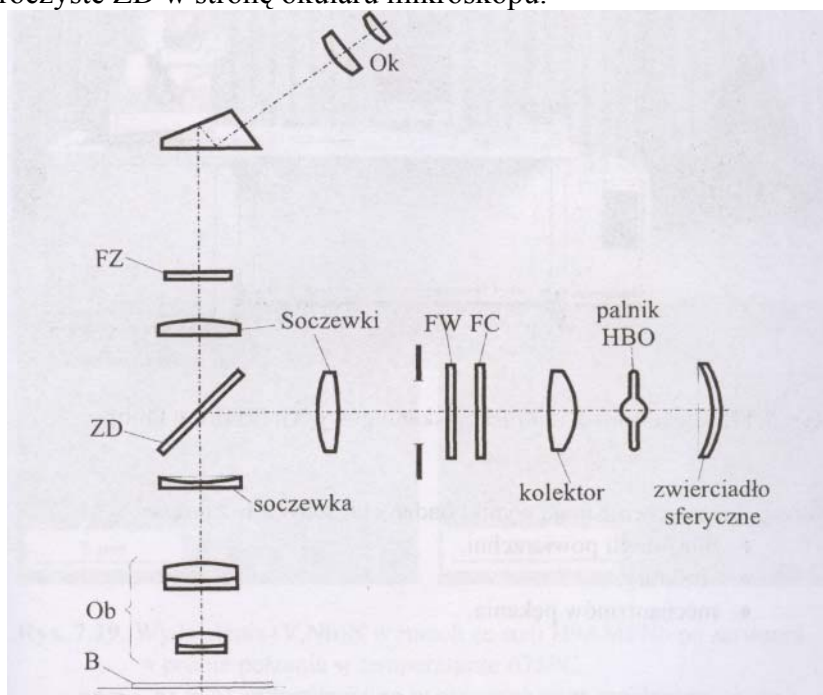
Schemat układu optycznego mikroskopu fazowo - kontrastowego do obserwacji próbek metalograficznych w świetle odbitym.

- *Kontrast Nomarskiego* - w technice Nomarskiego wykorzystuje się światło spolaryzowane oraz specjalnej konstrukcji pryzmaty Wolstona - zmodyfikowane pryzmaty Nicola. Schemat mikroskopu optycznego z kontrastem interferencyjnym różniczkowym - DIC / Nomarski - przedstawiono na rysunku. Pryzmaty Wollastona - W lub N- umieszczone są między półprzeźroczystą płytką zwierciadlaną Z oświetlacza a obiektywem Ob. Światło przechodzi więc przez pryzmat W lub N dwukrotnie, wobec czego pryzmaty spełniają równocześnie rolę kompensatora i elementu rozdwarzającego obraz badanego obiektu B. Polaryzator P jest ustawiony prostopadle do płaszczyzny padania światła na płytkę Z, a analizator A równolegle. Efektem zastosowania tej metody jest uzyskanie quasiprzestrzennych obrazów. Zastosowanie - podobnie jak w przypadku kontrastu fazowego.



Schemat układu optycznego mikroskopu z kontrastem interferencyjnym różniczkowym wg Nomarskiego do obserwacji próbek metalograficznych w świetle odbitym.

- *Fluorescencja* - w technice tej wykorzystujemy naturalną bądź wzбудzoną za pomocą różnego rodzaju preparatów fluorescencję. W laboratoriach przemysłowych stosujemy np. do ujawniania szczelin, bądź obiektów pochłaniających określony preparat fluorescencyjny. Ideowy schemat układu optycznego mikroskopu fluorescencyjnego przedstawiono na rysunku. Jest to mikroskop odbiciowy wyposażony w intensywne źródło światła np. lampę rtęciową wysokociśnieniową, filtr ciepły FC, filtry wzbudzające FW, filtr zaporowy FZ, zwierciadło półprzeźroczyste ZD. Zadaniem zwierciadła jest z jednej strony skierować światło wzbudzające przez obiektyw Ob. Na badany preparat B a równocześnie przepuszczać światło fluorescencyjne do okularu Ok. i to w stopniu jak największym. Znaczna część światła krótkofalowego jest pochłaniana przez preparat i przekształcona przezeń na światło fluorescencyjne. Jest ono w całości przepuszczane przez zwierciadło półprzeźroczyste ZD w stronę okularu mikroskopu.



Schemat układu optycznego mikroskopu fluorescencyjnego z oświetleniem preparatu przez obiektyw.

LABORATORIUM METOD I TECHNIK BADAŃ MATERIAŁÓW  
Ćwiczenie nr 4: Badania mikroskopowe.

**Zadania do wykonania.**

1. Przygotowanie mikroskopu metalograficznego do badań z wykorzystaniem różnych technik tj.:
  - jasne pole
  - ciemne pole
  - kontrast fazowy
  - polaryzacjaoraz sprawdzenie działania zasadniczych podzespołów mikroskopów.
2. Dokonanie obserwacji:
  - Próbek nietrawionych dla określenia rodzajów, liczby i rozłożenia różnych wtrąceń niemetalicznych, wykrycia pęcherzy gazowych, mikropeknięć, korozji międzykrystalicznej, rodzaju i rozmieszczenia grafitu itd.
  - Próbek wytrawionych dla określenia rodzaju i ilości poszczególnych faz, kształtu i wielkości ziarna, jakości powłok, itd.
3. Dokonanie oceny mikrostruktury otrzymanych próbek z uwzględnieniem warunków określonych w wykorzystywanych normach.

**Wyposażenie stanowiska:**

1. Mikroskopy metalograficzne: NEOPHOT-2, EPITYP 2, METAWAL, OLYMPUS BH, AXIOTRON.
2. Szczegółowa instrukcja mikroskopu NEOPHOT-2 i wyposażenia dla realizacji technik obserwacyjnych.
3. Normy.

PN-EN 1321 2000	Spawalnictwo. Badania niszczące metalowych złączy spawanych. Badania makroskopowe i mikroskopowe złączy spawanych.
PN-EN ISO 945 1999	Żeliwo. Określanie cech wydzielen grafitu.
PN-EN ISO 1463 1997	Powłoki metalowe i tlenkowe. Pomiar grubości powłok Metoda mikroskopowa
PN-EN ISO 2624 1997	Miedź i stopy miedzi. Określanie średniej wielkości ziarna
PN ISO 4499 1993	Węgliki spiekane. Metalograficzna ocena mikrostruktury
PN ISO 4505 1993	Węgliki spiekane. Metalograficzna ocena porowatości i węgla niezwiązanego (wolnego)
PN-61/H-04503	Odczynniki do badania mikrostruktury stopów żelaza
PN-63/H-04504	Badanie mikrostruktury stalowych wyrobów hutniczych. Cementyt trzeciorzędowy. Pasmowość.
PN-66/H-04505	Mikrostruktura stalowych wyrobów hutniczych. Wzorce i oznaczanie
PN-84/H-04507.01	Metale. Metalograficzne badania wielkości ziarna. Mikroskopowe metody określenia wielkości ziarna
PN-64/H-04510	Oznaczanie stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalicznymi
PN-75/H-04512	Metale nieżelazne. Odczynniki do ujawniania mikrostruktury
PN-92/H-04517	Stal szybko tnąca. Pręty. Metody badań segregacji węglików.
PN-87/H-04605	Ochrona przed korozją. Określenie grubości powłok metalowych metodami niszczącymi.
PN-75/H-04661	Żeliwo szare sferoidalne i ciągliwe. Badania metalograficzne. Określanie mikrostruktury
PN-74/H-84041	Stal na łożyska toczne. Kęsiska, kęsy, pręty, walcówka i druty.

4. Wyposażenie i oprogramowanie dla cyfrowej transmisji i rejestracji obrazu.

# LABORATORIUM METOD I TECHNIK BADAŃ MATERIAŁÓW

## Ćwiczenie nr 4: Badania mikroskopowe.

5. Próbkki: żeliwo szare, żeliwo sferoidalne, stal zwykłej jakości, stal wyżarzona, stal hartowana, stal hartowana i odpuszczana, stal łożyskowa, stal szybko tnąca, stal kwasoodporna, stal nawęglana, stal azotowana, spoina, odlew ciśnieniowy (znal), odlew piaskowy (mosiądz), brąz, silumin, stop łożyskowy.

### **Kolejność czynności:**

1. Próbkki ze stali zwykłej jakości w stanie surowym oraz żeliwo nietrawione oraz wytrawione  $Mn$  i  $Fe$  poddać obserwacji na mikroskopie NEOPHOT-2 z wykorzystaniem różnych technik obserwacji.
2. Przeprowadzić obserwację wybranych zglądów metalograficznych i porównać z wzorcami zawartymi w normach wykorzystując „rotacyjnie” różne mikroskopy.
3. Dokonać identyfikacji składników strukturalnych.
4. Wykonać fotografię obrazu mikroskopowego wybranej próbki.

### **Sprawozdanie:**

1. Omówienie celu ćwiczenia
2. Krótki opis mikroskopu metalograficznego i stosowanych technik obserwacji ze schematami i z podaniem zasad obserwacji i doboru powiększenia.
3. Rysunki (fotografie) obserwowanych mikrostruktur z odpowiednim opisem odniesionym do wzorów normach.
4. Wnioski.

### **Literatura.**

1. Szumer A., Ciszewski A., Radomski T.: Badania własności i mikrostruktury materiałów. Oficyna Wydawnicza P.W. Warszawa 2000
2. Dobrzański L. A., Hajduczek E.: Metaloznawstwo i obróbka cieplna stopów metali. Mikroskopia świetlna i elektronowa. WNT Warszawa 1987.
3. Przybyłowicz K.: Metody badań metali i stopów. Wydawnictwo AGH Kraków 1997