

Omówienie norm ASTM stosowanych w badaniach mikrostruktury

Krzysztof Jan Hübner*

W polskich laboratoriach od lat używane są normy ASTM do badań materiałowych, ale brak jest szerokiej informacji o najnowszych. Autor artykułu opracował takie zestawienie najważniejszych norm ASTM i opublikował je w 2007 [1]. Jak wynika z analizy ówczesnego i obecnego stanu normalizacyjnego w zakresie norm dla badania materiałów to światowym liderem w opracowaniu nowych norm i wdrażaniu ich jest organizacja International ASTM – Międzynarodowe Amerykańskie Towarzystwo Badania Materiałów (ASTM). Ta międzynarodowa organizacja opracowuje i publikuje normy, przewodniki czy tablice wzorców które są dobrowolnie stosowane w badaniach naukowych czy w przemyśle w USA, oraz praktycznie na całym świecie. Również są one stosowane w polskim przemyśle gdyż ich użycie wynika z umów dla warunków kontroli jakości produkcji, lub z powodu braku odpowiednich norm ISO lub EN-PN.

Komitet Metalografii E04 ASTM i jego podkomisje oraz inne komisje ASTM opracowują normy stosowane w badaniach struktury materiałów. Obecnie w ramach Komitetu Metalografii E04 pracuje 15 podkomisji, które zajmują się

opracowaniem norm, przewodników, tablic i innych dokumentów. Trzeba tu podkreślić, że ułatwione jest szybkie znalezienie potrzebnej normy w zbiorach ASTM, jej starszej wersji czy dodatkowych norm z nimi związanych, tablic czy skal wzorców. Poniżej omówimy wybrane normy ASTM dotyczące badania materiałów z podziałem na grupy norm wg kategorii:

- nazewnictwo i definicje,
- pobieranie i przygotowanie próbek do badań,
- aparatura, sprawdzanie i kalibracja,
- prowadzenie badań czy pomiarów,
- bezpieczeństwo pracy w laboratorium.

Są dwie normy szczegółowo opisujące problemy takie jak: nazewnictwo i definicje używane w metalografii. Pierwsza jest bardzo mało znana, ale ważna – Słownik terminów stosowanych w metalografii E007. Ich znajomość jest potrzebna aby właściwie wykorzystywać i interpretować inne normy, a zastosowana terminologia w tych dokumentach powinna być zrozumiała. Druga ważna norma dotyczy terminologii używanej w mikroskopii optycznej E175.

Obecnie badania mikrostruktury prowadzi się nie tylko

na próbkach z metali i ich stopów, ale także na innych materiałach. Dlatego dla metali i ich stopów opracowano przewodnik dla przygotowania próbek metalograficznych E003, oraz przewodnik dla przygotowania próbek dla oceny wtrąceń niemetalowych w stali z użyciem metody analizy obrazu E0768. Natomiast dla przygotowania próbek z pokryć natryskiwanych termicznie mamy przewodnik E1920, a dla przygotowania próbek z materiałów plastikowych i polimerowych przewodnik E2015.

W celu ujawnienia mikrostruktury w próbkach metalograficznych stosuje się metody makro i mikro trawienia ich powierzchni za pomocą różnych odczynników chemicznych. Dla klasycznej metody trawienia makro opracowano zestaw metod opisany w normie E0340, sposób makro trawienia prętów stalowe, kęsów, wlewków i odkuwek podany jest w normie E3081. Natomiast procedurę przygotowania odbitki do określenia rozmieszczenia wtrąceń siarczkowych w wlewkowi opisuje norma E1180. Wreszcie użycie metody elektrolitycznego trawienia i polerowania próbek opisano w przewodniku E1558. W przemyśle wymagane jest wykonanie badań

mikrostruktury bez pobierania próbek. Stosuje się wtedy metodę replik plastikowych w badaniach metalograficznych co jest opisane w E1351. Badanie mikrostruktury stopów niklu odlewanych i przetwarzanych plastycznie wymaga przygotowania z nich izolatów. Wykonuje się je metodą elektrolitycznej ekstrakcji faz co opisano w E0963.

Dawniej w laboratoriach metalograficznych prowadzono obserwacje mikrostruktury jedynie za pomocą mikroskopów optycznych. Dla sprawdzenia kalibracji powiększeń mikroskopów optycznych opracowany jest przewodnik dla kalibracji i sprawdzania powiększeń mikroskopów optycznych E1951 oraz przewodnik do klasycznej fotomikrografii w świetle odbitym E0883.

W laboratoriach używa się elektronowych mikroskopów skaningowych wyposażonych spektrometr rentgenowski dyspersji energii (EDS). Dla tej metody badań opracowano sposób kalibracji powiększeń w mikroskopach skaningowych E0776 i kontrolowania wiązki E0986, natomiast dla ilościowej analizy składu chemicznego wykonywanej za pomocą spektrometru EDS opracowano przewodnik E1508.



Pomiar mikrotwardości materiałów metodą Knoop i Vickersa jest opisany w normie E0384.

Dla metody pomiaru wielkości ziarna opracowano szereg norm. Pierwsza znana metoda pomiaru opisana w E0112, metoda szacowania największego ziarna na próbce metalograficznej jest opisana w E0930. Do opisu wielkości ziarna w strukturach o dwóch wielkościach opracowano normę E1181. Metoda pomiaru wielkości ziarna za pomocą analizy obrazu opisano w E1382. Wreszcie zastosowanie metody dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) do pomiaru wielkości ziarna opisano w E2627.

Do oceny stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalowymi opracowano trzy normy. Pierwsza to E0045, gdy potrzebne jest wyznaczania ekstremalnych wartości wielkości wtrąceń niemetalowych (lub innych cech mikrostruktury) tę metodę opisano w E2283. Zastosowanie mikroskopu skaningowego ze spektrometrem EDS do badania wtrąceń niemetalowych, ich składu chemicznego i pomiarów wielkości opisano w normie E2142.

Do oceny morfologii grafitu w żeliwie stosowana jest norma A247 wraz z tablicami wzorców, a metodę ilościowego opisu stopnia modularności i liczby wydzieleni grafitu

z użyciem analizy obrazu opisano w E2567.

Znormalizowaną metodę pomiaru udziału objętościowego składników mikrostruktury za pomocą metody punktowej opisano w E0562, a dla pomiarów wtrąceń lub zawartości drugiego składnika z użyciem analizy obrazu opisano w E1245. Metoda pomiaru porowatości w powłokach termicznych (plazmowych) opisana jest w E2109, a zastosowanie tej metody dla implantów medycznych w F1854.

W normie E1268 przedstawiono opis metody pomiaru stopnia pasmowatości lub orientacji mikrostruktury, a pomiar stopnia odwęglenia próbek stalowych po

obróbce cieplnej opisano w E1077.

Do badań metodą dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego opracowane są trzy normy; dla ilościowej analizy tekstur w oparciu o figury biegunowe – E0081, do wyznaczania orientacji monokryształów – E0082, do ilościowej analizy fazowej austenitu szczałkowego – E0975.

Trzeba pamiętać, że w czasie pracy w laboratorium metalograficznym używane są różne urządzenia, wysokie temperatury i niebezpieczne odczynniki chemiczne. Dlatego problemowi bezpieczeństwa i higieny pracy w laboratorium metalograficznym poświęcona jest norma E2014.

UNI-EXPORT Instruments Polska



Agilent Technologies



MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA

- Skaningowe mikroskopy elektronowe: wyposażone w katodę wolframową, LaB6 lub emisję połówą
- Systemy FIB, litografia elektronowa
- Stoliki specjalne
- Detektory EDS, WDS, EBSD, EBIC, CL, BSE/CL, TE
- Modernizacja starszych urządzeń SEM i EDS

ANALIZA MATERIAŁÓW POROWATYCH PROSZKÓW I PIANEK

- Analizatory sorpcji gazów i par cieczy
- Pomiar powierzchni właściwej (BET) i porowatości
- Porozymetry rtęciowe do pomiaru dystrybucji wielkości porów
- Piknometry helowe do pomiaru gęstości rzeczywistej ciał stałych i proszków
- Pomiar zawartości komórek otwartych i zamkniętych w sztywnych piankach

TECHNIKA PRÓŻNIOWA

- Pompy próżniowe (rotacyjne, bezolejowe typu scroll, turbomolekularne, dyfuzyjne i jonowe)
- Helowe detektory i systemy wykrywania nieszczelności
- Regeneracja pomp próżniowych

SYSTEMY ANALIZY POWIERZCHNI

- Systemy ultra wysokiej próżni do analizy powierzchni i elementy aparatury UHV
- Spektrometry elektronowe (XPS, UPS, AES, ISS)
- Mikroskopy LEEM, SPM
- Działa elektronowe i jonowe

CHARAKTERYZOWANIE WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNYCH ZAWIESIN, EMULSJI I PIAN

- Stabilność – wykrywanie i identyfikacja wszystkich rodzajów niestabilności: śmietankowanie, sedymentowanie flokulacja, agregowanie, flotacja, demulgowanie
- Ocena właściwości lepko-sprężystych – płynięcie, smarowność, stabilność kształtu, żelowanie, czas relaksacji, stabilność

UNI-EXPORT INSTRUMENTS POLSKA

04-369 Warszawa, ul. Ludwika Kickiego 4A, lok. 50 www.uni-export.com.pl

Wykaz norm ASTM

E0007-03R09 Terminology Relating to Metallography
 E175-82(2010) Standard Terminology of Microscopy
 E0003-01R07E01 Guide for Preparation of Metallographic Specimens
 E0768-99R10 Guide for Preparing and Evaluating Specimens for Automatic Inclusion Assessment of Steel
 E1920-03R08 Guide for Metallographic Preparation of Thermal Sprayed Coatings
 E2015-04R09 Guide for Preparation of Plastics and Polymeric Specimens for Microstructural Examination
 E0340-00R06 Test Method for Macroetching Metals and Alloys
 E0381-01R06 Method of Macroetch Testing Steel Bars, Billets, Blooms, and Forgings
 E1180-08 Practice for Preparing Sulfur Prints for Macrostructural Evaluation
 E1558-09 Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens
 E1351-01R06 Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas
 E0963-95R10 Practice for Electrolytic Extraction of Phases from Ni and Ni-Fe Base Superalloys Using a Hydrochloric-Methanol Electrolyte
 E1951-02R07 Guide for Calibrating Reticles and Light Microscope Magnifications
 E0883-02R07 Guide for Reflected Light Photomicrography
 E0766-98R08E01 Practice for Calibrating the Magnification of a Scanning Electron Microscope
 E0986-04R10 Practice for Scanning Electron Microscope Beam Size Characterization
 E1508-98R08 Guide for Quantitative Analysis by Energy-Dispersive Spectroscopy
 E0384-10E02 Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials
 E0112-10 Test Methods for Determining Average Grain Size
 E0930-99R07 Test Methods for Estimating the Largest Grain Observed in a Metallographic Section (ALA Grain Size)
 E1181-02R08 Test Methods for Characterizing Duplex Grain Sizes
 E1382-97R10 Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis
 E2627-10 Practice for Determining Average Grain Size Using Electron Backscatter Diffraction (EBSD) in Fully Recrystallized Polycrystalline Materials
 E0045-10E01 Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel
 E2283-08 Practice for Extreme Value Analysis of Nonmetallic Inclusions in Steel and Other Microstructural Features
 E2142-08 Test Methods for Rating and Classifying Inclusions in Steel Using the Scanning Electron Microscope
 A247-10 Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings
 E2567-11 Test Method for Determining Nodularity And Nodule Count In Ductile Iron Using Image Analysis
 E0562-08 Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count
 E1245-03R08 Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis
 E2109-01R07 Test Methods for Determining Area Percentage Porosity in Thermal Sprayed Coatings
 F1854-09 Standard Test Method for Stereological Evaluation of Porous Coatings on Medical Implants
 E1268-01R07 Practice for Assessing the Degree of Banding or Orientation of Microstructures
 E1077-01R05 Test Methods for Estimating the Depth of Decarburization of Steel Specimens
 E0081-96R07 Test Method for Preparing Quantitative Pole Figures
 E0082-09 Test Method for Determining the Orientation of a Metal Crystal
 E0975-03R08 Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation
 E2014-99R05 Guide on Metallographic Laboratory Safety

Wnioski

Z przedstawionego tu przeglądu norm ASTM widać, że w okresie ostatnich 5 lat nastąpił postęp w technice prowadzenia badań metalograficznych. Opracowano nowe przewodniki aby spełnić wymagania techniczne jakości przygotowania próbek do obserwacji i badań, procesu cięcia materiału do badań, zatapiania go w żywicach, szlifowania i polerowania obecnie jest wykonany za pomocą wielu urządzeń, w których jest możliwość programowania całego cyklu operacji. Pozwala to na przygotowania zglądów o jakości wymaganej dla wyznaczenia wielkości ziarna metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD).

Najnowocześniejsze mikroskopy optyczne to konstrukcje w pełni skomputeryzowane z oprogramowaniem do analizy obrazu. Proces pozycjonowania próbki do obserwacji, ustawiania układu optycznego, ustawiania ostrości i dynamicznego zapisu obrazu może być wykonywany w sposób automatyczny. W najnowszych mikroskopach optycznych możliwe jest zapisywanie informacji o badanych miejscach na próbce, aby następnie w mikroskopie skaningowym można było wykonać obserwacje i badania składu chemicznego w wybranych punktach. Zastosowanie kolorowych kamer do wykonywania zdjęć mikrostruktury z oprogramowaniem do przetwarzania obrazów pozwala na automatyczne ustawienie ostrości w mikroskopie, zbierania i składania obrazów z wielu płaszczyzn ostrości dla potrzeb 3D obserwacji, składanie wielu

pojedynczych obrazów w jeden, oraz automatyczne wykonywanie pomiarów mikrostruktur zgodnie z wymaganiami podanymi w normach.

W laboratoriach pracują skomputeryzowane mikroskopy skaningowe z dużymi komorami i mają zamontowany spektrometr rentgenowski dyspersji energii oraz inne analityczne wyposażenie dodatkowe. Odpowiednio przygotowane zglądy o dużej powierzchni obserwacji mogą być badane w mikroskopie SEM z dużą komorą, co pozwala na wykonywanie badań całej populacji wtrąceń niemetalowych w badanej próbce (w sposób automatyczny).

Obecnie stosowane dyfraktometry rentgenowskie są urządzeniami w pełni skomputeryzowanymi z bardzo szerokim oprogramowaniem. Wyposażenie ich w urządzenia do zmiany próbek pozwala na automatyczne wykonywanie badań.

W metodach pomiaru geometrycznych cech struktury nowością jest znormalizowana metoda pomiaru wielkości ekstremalnych wtrąceń lub i cech mikrostruktury oraz ilościowy opis grafitu w żelazie sferoidalnym.

Literatura

[1] Hübner, K. J. Wykaz norm ASTM stosowanych w badaniach mikrostruktury, LAB Laboratoria, Aparatura, Badania rok: 2007, R. 12, nr 5, s. 17-19,

* Mgr inż. Krzysztof Jan Hübner, Politechnika Krakowska – Instytut Technologii Maszyn i Automatykacji Produkcji, Laboratorium Badania Stosowanych

IKA POL

Przedstawiciel w Polsce Firmy IKA WERKE GmbH

Działalność firmy obejmuje doradztwo techniczne, dystrybucję i handel sprzętem laboratoryjnym, pomiarowo-analitycznym i produkcyjnym:



▪ sprzęt laboratoryjny

- mieszadła magnetyczne, mieszadła mechaniczne, homogenizatory, wytrząsarki, młynki, łaźnie wodne płyty grzewcze, pompy próżniowe i perystaltyczne, wyparki, ekstraktory substancji stałych, reaktory laboratoryjne

▪ sprzęt pomiarowo-analityczny

- zagniataarki, elektrolizery, termogravimetry, kalometry, analizatory laboratoryjne C, S, N, O, H, CO2

▪ sprzęt produkcyjny

- pojemnościowy - homogenizatory, turbotrony, rototrony
- przepływowy - homogenizatory, dispax reaktory, młyny koloidalne
- emulgatory - mieszalniki (o poj. of 10 - 4000 l) - dla substancji o różnej lepkości



IKA POL

02-793 Warszawa, ul. Przy Bażantarni 4/6, Biuro Obsługi Klienta: 02-886 Warszawa; ul. Rybaltów 14 tel.: 22/649 24 05; fax: 22/ 859 14 39, email: info@ikapol.pl, www.ikapol.pl, www.ika.com

IKA®



Designed to work perfectly