

## 3 METALLOGRAFI (Metallograpy)

Metallografi er undersøkelse av metallenes struktur og de mekaniske og fysikalske egenskaper som har sammenheng med den.

Med struktur mener vi så vel gitterstruktur som kornstruktur.

I praksis kan vi skjelne mellom:

- Bruddflateundersøkelser
- Mikroundersøkelser
- Makroundersøkelser

### 3.1 Bruddflateundersøkelser (fraktografi)

Den enkleste metoden består i å betrakte en bruddflate av metallet direkte med det blotte øyet eller med lupe med lav forstørrelse. Ved å bruke binokularmikroskop kan vi få et stereoskopisk bilde av flaten.

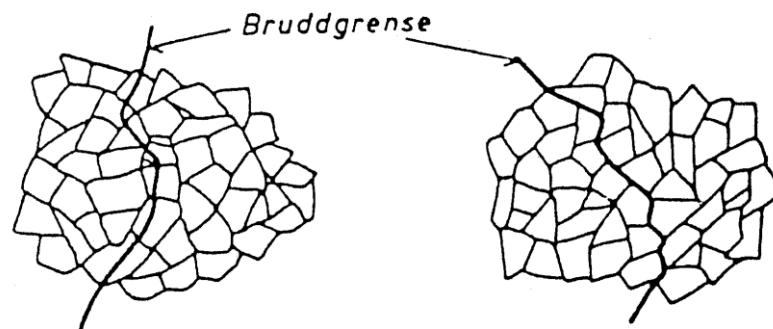
Lyset reflekteres fra de enkelte kornflater. Dette gir et inntrykk av bruddflatens krystallinske natur. De enkelte korn kan vanligvis ikke skjelnes ved en slik undersøkelse.

Ofta prater vi om grovkrystallinsk, finkrystallinsk og fibrig struktur.

- Grovkrystallinsk struktur finner vi i grovkornet materiale hvor de enkelte bruddflater vil være relativt store og bruddet får et karakteristisk blankt utseende.
- Finkrystallinsk struktur finner vi i finkornet materiale. På grunn av en større mengde små bruddflater med forskjellig orientering, vil bruddet virke mattere.
- Fibrig struktur. Disse bruddflatene har et matt utseende som skyldes at kornene har gjennomgått en viss grad av plastisk deformasjon før brudd.

Vi kan også få såkalte interkrystallinske eller intrakrystallinske (trans-krystallinske) brudd.

- Interkrystallinske brudd.  
Bruddet foregår langs korn grensene. Bruddet virker matt og har et muslingaktig utseende fordi korn grenseflatene er uregelmessige og taggete og derfor reflekterer lyset i alle retninger.
- Intrakrystallinske (trans-krystallinske) brudd.  
Bruddet foregår ved en kløyving av krystallet. Bruddet funkler i lyset, idet vi får refleks fra utallige manglekantede plane bruddflater i krystallstrukturen.



Figur 3.1  
Bruddformer.

- a) Intrakrystallinsk (transkrystallinsk) brudd.  
b) Interkrystallinsk brudd.



Figur 3.2  
Kløvningsbrudd i jern (Transkrystallinsk).  
Pilene angir brudedretningen i de enkelte korn. Forstørrelse 3200X.

Bruddflateundersøkelser er et nyttig, praktisk hjelpemiddel innen materialteknikken for:

- Oppklaring av materialfeil.
- Årsaker til inntrufne brudd i konstruksjonsdeler.
- Kontroll av materialets termiske eller mekaniske behandling.

Lysmikroskop har liten dybdeskarphet, slik at bruddflater med relieff bare kan undersøkes med lav forstørrelse. Dybdeskarpheten er først og fremst knyttet til objektivets avblending (apertur).

I elektronmikroskop må vi likevel arbeide med stor avblending på grunn av ufullkomne elektromagnetiske linser. Elektronmikroskopet er derfor velegnet til å betrakte bruddflater med store forstørrelser, for eksempel 1000 – 10000 ganger.

Slike undersøkelser, fraktografi, avslører en rekke viktige detaljer om kornstrukturen og bruddet, størrelse og fordeling av inneslutninger m.fl.

## 3.2 Mikroundersøkelser

Overflaten av et stykke av materialet slipes plant med stadig finere smergelpapir. Senere poleres den med en myk duk og slipepasta av diamant. Det ytterste sjikt av en flate som er behandlet på denne måte har en amorf struktur. Den plastiske deformasjon som er forårsaket av sliping og polering har brakt atomsystemet i uorden. Derfor kan heller ikke kornstrukturen sees når slipet plasseres under mikroskopet, bortsett fra i slike tilfeller der strukturen er sammensatt av bestanddeler med sterk ulik mekanisk hardhet. I støpejern for eksempel er grafittfasen meget bløtere enn de øvrige faser, og ved poleringsprosessen fremkommer det en nivåforskjell mellom fasene som er synlig i mikroskopet.

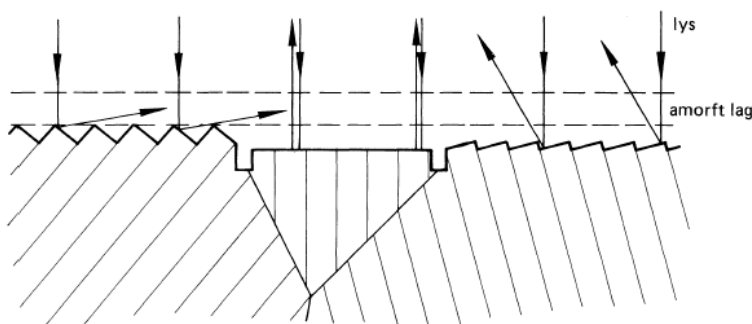


*Figur 3.3*  
Mikroslip av grått støpejern med grove grafittlameller (mørke tråder). Polert, uetset og forstørret 50X.

Normalt fjerner vi det amorfte lag ved å dyppe slipet i en passende væske som angriper laget kjemisk. Denne prosess kalles etsing. Etsingen drives så langt at også noe av den opprinnelige strukturen oppløses. Da løsningshastigheten er forskjellig langs strukturens akseretninger, vil etsingen fremkalle nivåforskjeller mellom kornene og også etsemøntre innen de enkelte korn som vist i figuren.

I alminnelighet vil korngrensene angripes sterkest.

Et vanlig etsemiddel for stål er 1 – 5% salpetersyre ( $\text{HNO}_3$ ) i alkohol (1 – 5% nital).



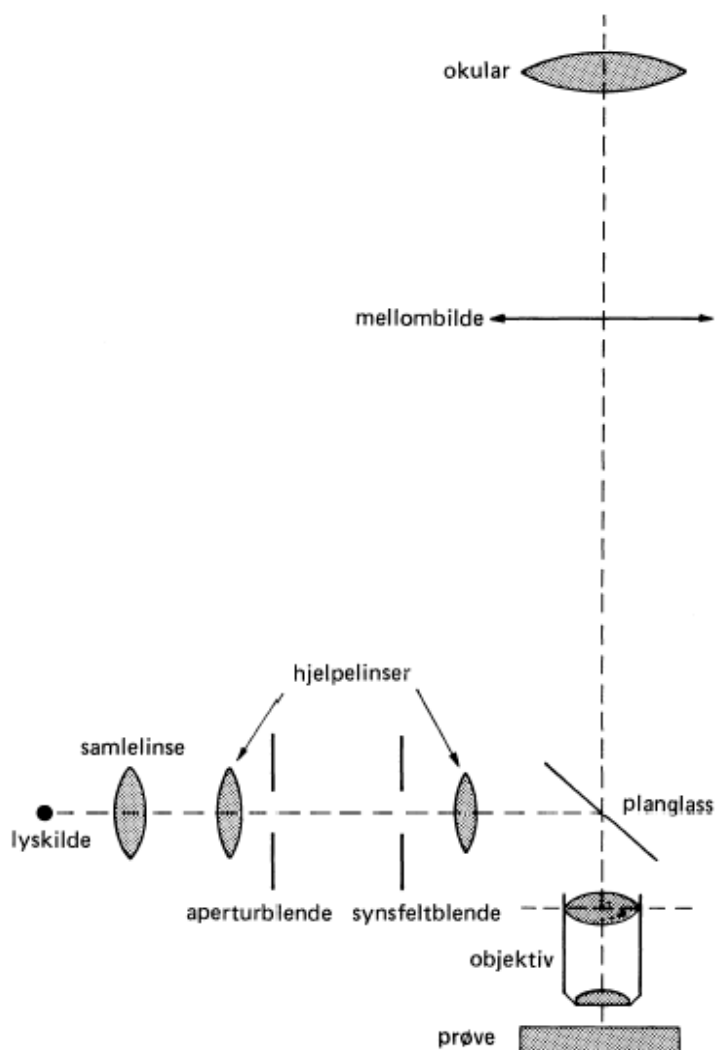
*Figur 3.4*  
Lysrefleksjon fra en polert og etset metalloverflate.

### 3.2.1 Metall- lysmikroskop

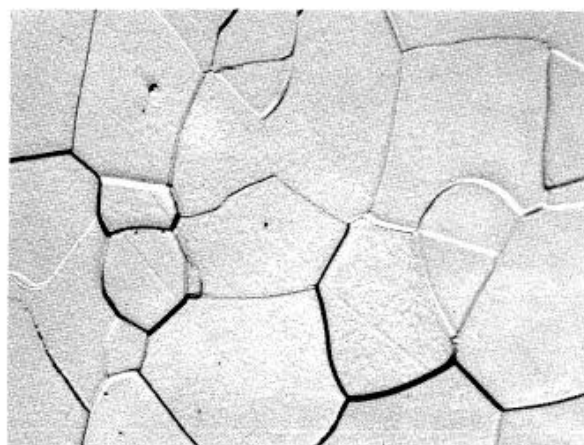
Et metallmikroskop er laget slik at lyset reflekteres fra overflaten av objektet (slipet) til okularet hvor du ser. De forskjellige etsemønstre fører til at de parallelt innkomne lysstråler reflekteres i forskjellige retninger, og i mikroskopet vil korn og korngrenser tegnes med ulik lysstyrke. (Se i figuren over.) Ved å la lyset falle inn på skrå mot slipflaten vil vi få skygger som gjør det lett å skille opphøyde flater fra nedliggende.

Figuren viser strålegangen i et metall- lysmikroskop.

Lyset er en bølgebevegelse. Metallmikroskopets forstørrelsesgrad er begrenset til 1000 – 1500 ganger.



Figur 3.5  
Strålegangen i et metallmikroskop.



Figur 3.6  
Etset slip av rent jern. Skråbelysning gjør at nivåforskjellen mellom de enkelte korn fremtrer ved skyggevirking. Forstørrelse 500X.

I et elektronmikroskop tegnes bildet av elektronstråler i stedet for lysstråler. Også elektronene kan tilordnes en bølgebevegelse som er avhengig av deres hastighet.

Elektronmikroskop for metallografi finnes i to utførelser:

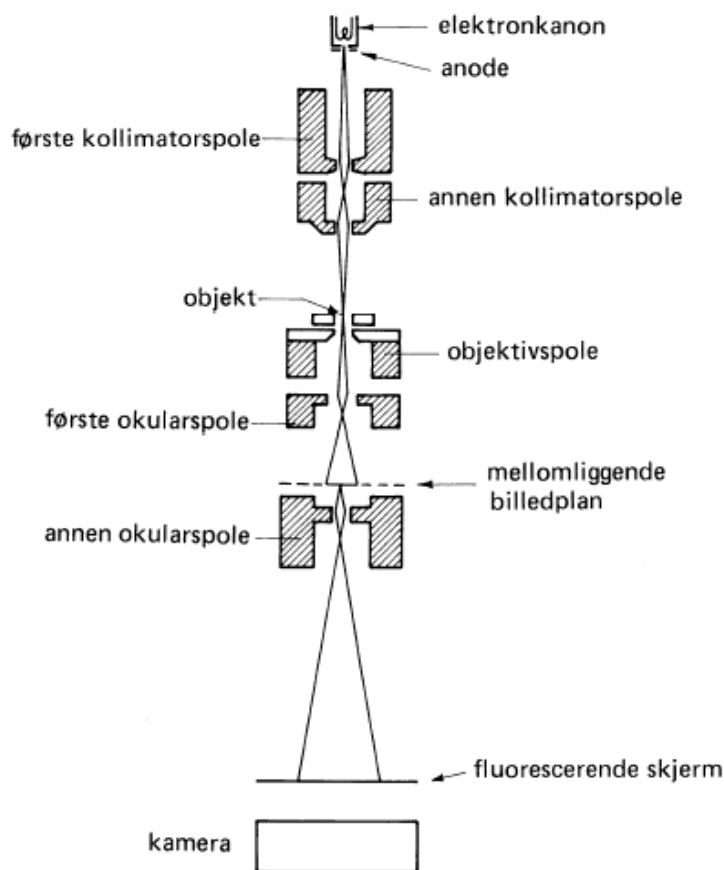
- Transmisjon - elektronmikroskop, TEM
- Skanning - elektronmikroskop, SEM

### 3.2.2 Transmisjon - elektronmikroskop, TEM

Elektronstrålen går gjennom objektet. Det må derfor lages en prøve som en tynn film på ca.  $0,1\mu\text{m}$  tykkelse.

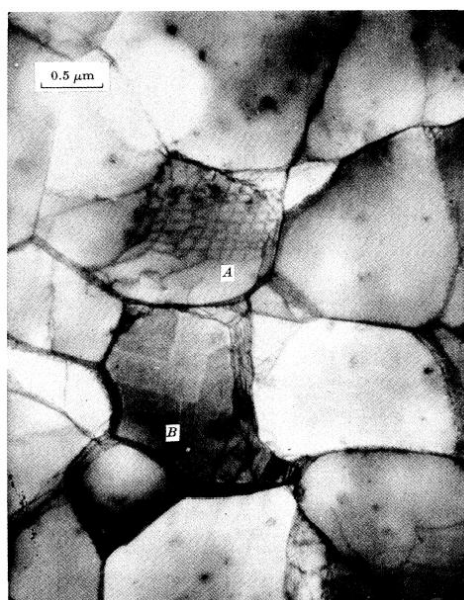
Det kan også lages et plastavtrykk av et etset slip som vi ser på i mikroskopet.

Det eksisterer en rekke forskjellige metoder og teknikker for fremstilling av avtrykk.



Figur 3.7

Strålegangen i transmisjon - elektronmikroskop, TEM.



Figur 3.8

TEM bilde av aluminium tynnfilm. Bildet viser subkorn eller celler som alle tilhører et korn.

Celleveggene er et nettverk av dislokasjoner hvis indre struktur er tydelig på område A.

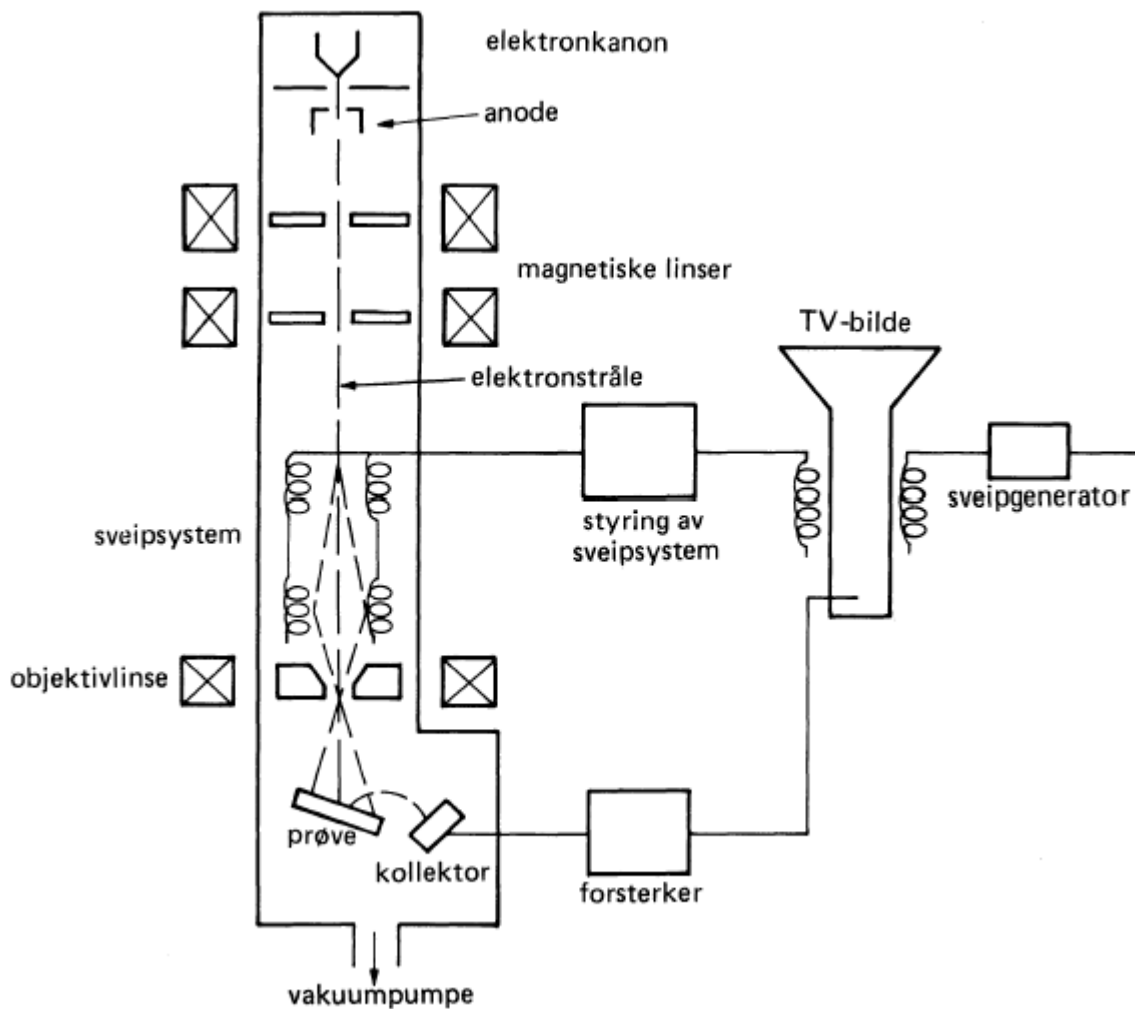
Forstørrelse 28000X.

### 3.2.3 Skanning - elektronmikroskop, SEM

En veldig smal elektronstråle sveiper frem – og tilbake over prøvestykket slik at en liten flate av prøven holdes dekket. Bevegelsene er synkronisert med tilsvarende bevegelser av elektronstrålen i en TV-skjerm.

Der hvor elektronstrålen treffer prøvestykket, sender dette ut lavenergielektroner, hvis intensitet er en funksjon av den lokale vinkel mellom stråle og overflate.

Sekundærelektronene mottas og telles av en kollektor. Ved en elektronisk forbindelse sørges det for at intensiteten av strålen i TV-skjermen varierer i takt med antall sekundærelektroner som treffer kollektoren. Når elektronstrålen løper over prøven, bygges det derfor opp et bilde av prøvens overflate (topografi) på skjermen.



Figur 3.9  
Strålegangen i skanning - elektronmikroskop, SEM.

I praktisk metallografi kan vi regne med følgende oppløsninger og forstørrelser:

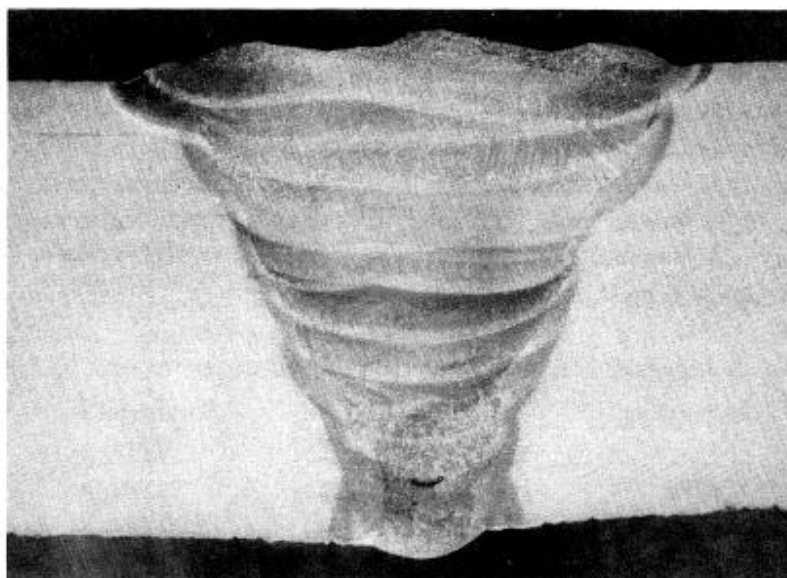
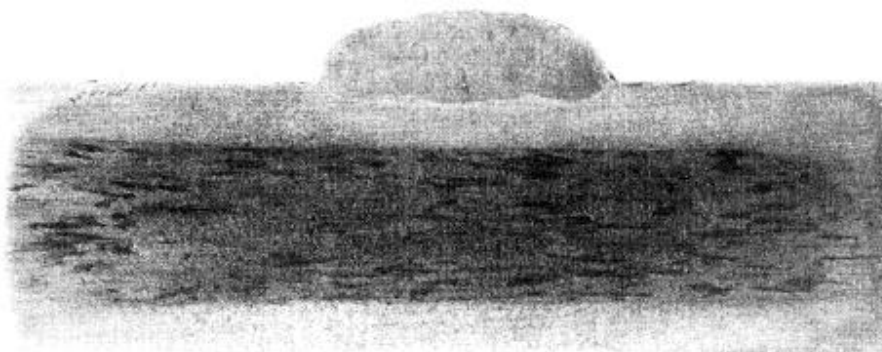
Mikroskop	Oppløsning	Forstørrelse
Lys	200nm (2000Å)	1000X
SEM	10nm (100Å)	20 000X
TEM	1nm (10Å)	200 000X

Elektronmikroskopet har gjort det mulig å studere bl.a. feilstrukturer i gitteret.

### 3.3 Makroundersøkelser

Hvis overflaten slipes med smergelpapir og etses uten ytterligere preparering snakker vi om makroslip. Overflaten betraktes med det blotte øye eller med svak forstørrelse.

Selve kornstrukturen vil vanligvis ikke komme frem i makroslip, men inhomogeniteter som slagginneslutninger, porer, sprekker, markerte skillelinjer mellom forskjellige strukturtyper etc. vil kunne sees. Figuren under viser et Makroslip av plate med seigring og av en sveiseforbindelse.



*Figur 3.10*  
*Makroslip av plate med seigring og av sveiseforbindelse.*

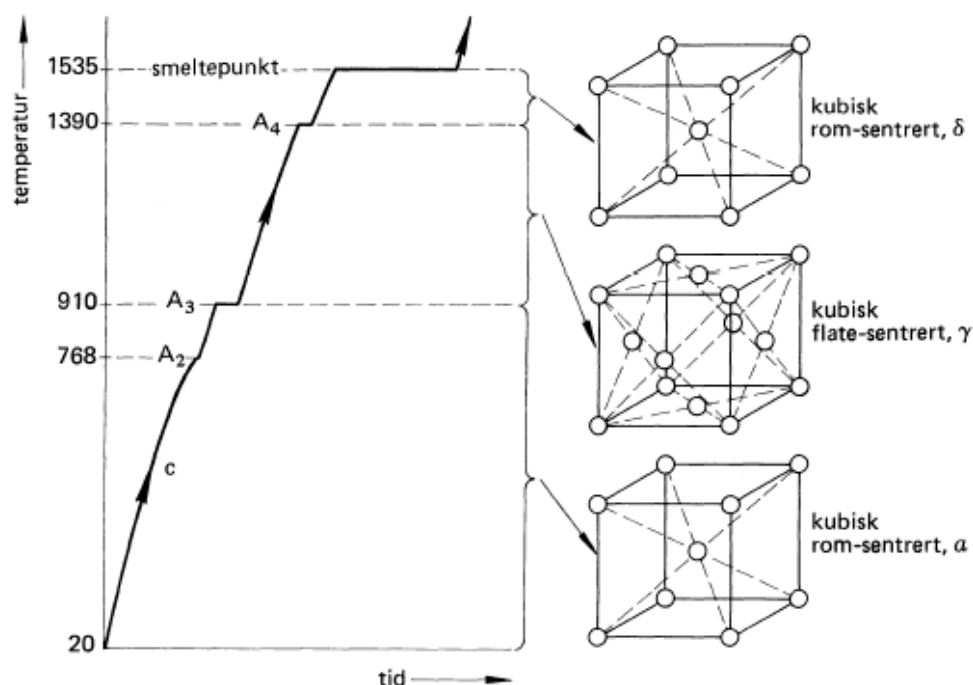
### 3.4 Termisk analyse

De foran nevnte metoder for strukturundersøkelser går ut på en direkte betraktning av strukturen.

En del fysiske egenskaper er direkte knyttet til gitterstrukturen. Ved å måle slike egenskaper kan vi derfor indirekte skaffe oss opplysninger om strukturen.

Når et materiale endrer gitterstruktur i fast tilstand, brytes også den gamle kornstruktur ned og en ny blir bygget opp. En ny gitterstruktur betyr derfor også en ny kornstruktur.

Varmer vi for eksempel opp rent jern i en smeltedigel og avleser temperaturen som funksjon av tiden, får vi en kurve som vist i figuren under.



Figur 3.11  
Termisk analyse av rent jern.  
A<sub>3</sub> og A<sub>4</sub> – holdepunkter  
A<sub>2</sub> – Curiepunkt

De horisontale partier på kurven ved temperaturene A<sub>3</sub> og A<sub>4</sub> betegnes holdepunkter. Varme (energi) tilføres uten at temperaturen stiger.

Den tilførte energi lagres i strukturen ved temperatur A<sub>3</sub> ved at kubisk romsentrert struktur går over til kubisk flatesentrert struktur. Det samme skjer ved temperatur A<sub>4</sub> ved at kubisk flatesentrert struktur igjen går over til kubisk romsentrert struktur.

A<sub>2</sub> er ikke et sant holdepunkt, idet kurvens tangent forandrer seg gradvis over et temperaturintervall under A<sub>2</sub>. A<sub>2</sub> kalles Curiepunktet. Det skjer ingen strukturforandring, men jernet går over fra å være magnetisk til å være umagnetisk.

Metaller som i fast tilstand kan opptre med mer enn en gitterstruktur, kalles polymorfe eller allotrope. Bare få metaller har denne egenskap, og jern er et av dem. Mange av jernets eiendommigheter og dets fremragende mekaniske egenskaper er knyttet til den polymorfe struktur.

Feil i gitterstrukturen representerer en opplagret energi sammenlignet med tilstanden i det perfekte gitter. Derfor kan også forandring av antall og orientering av feilsteder avsløres ved hjelp av termiske analyser.