

## NASVETI

### Nekaj napotkov za mehansko pripravo površine vzorcev za metalografske preiskave in podlag za nanos vakuumskih tankih plasti

Nanos tankih plasti na kovinske podlage (npr. trdih zaščitnih prevlek na orodja) zahteva ustrezno predpripravo površine le-teh. V splošnem velja, da hrpavost ne sme biti večja od debeline plasti. Nezaželene so tudi oksidne (npr. rja) in druge plasti (npr. bela plast, ki nastane med pripravo kovinskih podlag s potopno erozijo) na površini, ker poslabšajo oprijemljivost tanke plasti. Za ustrezno pripravo površine zato uporabljamo postopke, kot so brušenje in poliranje. Iste postopke uporabljamo tudi za pripravo vzorcev za metalografske preiskave. V ta namen potrebujemo majhne vzorce (zlasti za preiskave z vrstičnim in presevnim elektronskim mikroskopom), ki pa jih je treba izrezati iz masivnega vzorca. Zato bom najprej na kratko razložil, katere postopke imamo za to delo.

Za **izrez** vzorcev iz masivnega kosa obstaja veliko postopkov (s plamenom, z mehansko (diamantno) žago, s peščenim curkom, z žično erozijo, laserjem, elektronskim curkom, ultrazvokom, žico, prekrito z diamantnimi zrni itd.), katerih uporaba je odvisna od vrste materiala, ki ga želimo razrezati. Še najbolj ekonomične in univerzalno uporabne so tehnike abrazivnega rezanja. Prva zahteva je, da razrez ne sme povzročiti strukturnih sprememb v materialu, ki bi nastale kot posledica deformacije ali nastanka razpok zaradi tvorbe toplote, rekristalizacije, lokalnega popuščanja in v skrajnem primeru lokalne stalitve. Tem problemom se lahko izognemo, če med rezanjem uporabimo zadostno količino maziv in hladilnih sredstev (voda, olje, stisnjen zrak). Ko režemo material, moramo biti pazljivi, da je rez dovolj daleč od površine, ki jo želimo analizirati, da bi se tako izognili škodljivim vplivom. Primernejša je tista metoda rezanja, ki da površino, primerno za takojšnje fino brušenje ali celo poliranje. Takšni postopki so rezanje z abrazivi, ultrazvokom, elektrokemijsko obdelavo itd. Vendar pa so nekatere od teh metod zelo zamudne in težavne, primerne le za specifične primere uporabe (npr. za monokristale, polprevodnike in krhke materiale). Za rutinsko uporabo zato niso primerne. V primeru monokristalov dobimo idelano čisto in ravno površino s cepljenjem le-tega v smeri izbrane kristalne ravnine. Če hočemo ohraniti čisto površino vzorca, moramo postopek cepljenja monokristala izvesti v visokem vakuumu, da preprečimo adsorpcijo residualnih plinov. Če hočemo, da bo površina ostala absolutno čista dlje časa (npr. nekaj dni), potem mora biti vzorec shranjen v vakuumski posodi, kjer je vakuum boljši od  $10^{-10}$  mbar.

Za izrez vzorcev za presevno elektronsko mikroskopijo se standardno uporablja **ultrazvočna obdelava**. Zato bom ta postopek na kratko opisal. Pri ultrazvočnem rezanju je orodje z odgovarjajočo obliko vpeto v glavo ultrazvočnega generatorja, ki deluje s frekvenco 20-30 kHz in z močjo okrog 600 W. Del te energije

(100-300 W) se prenese na konico orodja. Ko orodje približamo površini obdelovanca, le-to spravi v nihanje zrna brusilnega sredstva (npr. iz SiC, borovega karbida, diamanta) v polirni pasti, ki jo nanese med obdelovanec in orodje. Pri tem abrazivni delci odnašajo material obdelovanca samo na stični površini orodja s površino obdelovanca. Ko počasi premikamo orodja proti obdelovancu, se globina reza povečuje. Tako lahko režemo zelo trde in krhke materiale.

Pred nadaljnjo obdelavo (brušenje, poliranje) moramo vzorec vpeti v nosilec, kar naredimo tako, da ga zalijemo v polimerno maso ali pa ga z voskom pritrdimo na usterzen nosilec.

Namen **brušenja** in **poliranja** je pripraviti ravno in gladko površino, ki ima odgovarjajočo strukturo vzorca. Zato moramo s površine vzorca najprej odstraniti poškodovane in deformirane dele. Odnášanje materiala je posledica struženja površine vzorca z abrazivnimi delci (npr. SiC), v manjšem obsegu pa je lahko tudi posledica adhezijske interakcije. Med samim postopkom brušenja in poliranja vnašamo nove deformacije v površinsko plast vzorca, ki pomeni odmik od izhodne realne mikrostrukture. Globina deformacijske zone je odvisna od zrnatosti brusnega papirja in od pogojev obdelave. Grobo brušenje povzroči nastanek nekaj deset mikrometrov debele deformacijske plasti. Ni torej dovolj, da med brušenjem odstranimo raze s površine. Pomembno je odstraniti deformirano plast. Zato moramo grobo brušenje zmanjšati na minimum, ker je le-to glavni vzrok za nastanek globoke deformacijske zone. Postopek brušenja naj poteka postopoma (zato da debelino deformirane plasti čim bolj zmanjšamo): od brusnega papirja 80 (velikost abrazivnih zrn 200  $\mu\text{m}$ ) do 1200 (5  $\mu\text{m}$ ). Po vsaki stopnji brušenja vzorec obrnemo za  $90^\circ$  in čas brušenja podaljšamo za dvakrat. Hrapavost površine, ki jo dosežemo po grobem brušenju, je med 10 in 100 mikrometrov, po finem brušenju pa okrog 1 mikrometra. Ne smemo pozabiti, da se obdelovanec na stični površini zaradi trenja segreje, kar lahko pripelje celo do spremembe mikrostrukture. Temu se lahko v veliki meri izognemo z ustrezno izbiro hladilnega sredstva. Na površini obdelovanca lahko pride tudi do kemijskih reakcij. Pri prehodu na bolj fino brušenje moramo biti pozorni tudi na nevarnost onesnaženja površine vzorca z grobimi abrazivnimi delci. Zato je priporočljivo obdelovanec po vsakem koraku skrbno očistiti.

Za **poliranje** lahko uporabimo enaka abrazivna sredstva kot za brušenje, le njihova zrnatost mora biti manjša. Abrazivne delce pomešamo z ustrezno tekočino (olje, petrolej, voda), mastjo ali voskom, da dobimo polirno pasto. Le-to nanese na polirni kolut, ki se vrtil (značilne hitrosti so 25 do 40 m/s za grobo poliranje in 50 m/s za fino poliranje). Polirni kolut mora biti pred-

vsem elastičen in odporen proti polirnim in čistilnim sredstvom (npr. platno, usnje, klobučevina). Med kotaljenjem abrazivnih zrn pride tako do odrezovanja materiala kot tudi do plastične deformacije. Nastala površina ima zelo majhno hrapavost. Če je polirni kolut iz premeheke podlage, obstaja nevarnost, da se bodo zaoblili robovi vzorca, kar je zlasti problem, ko pripravljamo obruse za metalografske preiskve. Če polirno pasto nanese na kalup, potem obdelovanec privzame obliko le-tega. Ta postopek poliranja imenujemo **lepanje**. Nasprotno od poliranja s kolutom se pri lepanju abrazivna zrna kotalijo med obdelovancem in kalupom in zato drobijo. Med spodsavanjem odrezujejo delčke površine obdelovanca. Z lepanjem dosežemo zelo natančne oblike obdelovancev. Pogosto se v praksi uporablja tudi **vibracijsko poliranje**, ki je zlasti primerno za poliranje krhkih materialov, vzorcev, kjer se zahtevajo ostri robovi, in materialov, ki imajo heterogeno mikrostrukturo. Deformirana cona je manjša kot pri ročnem poliranju.

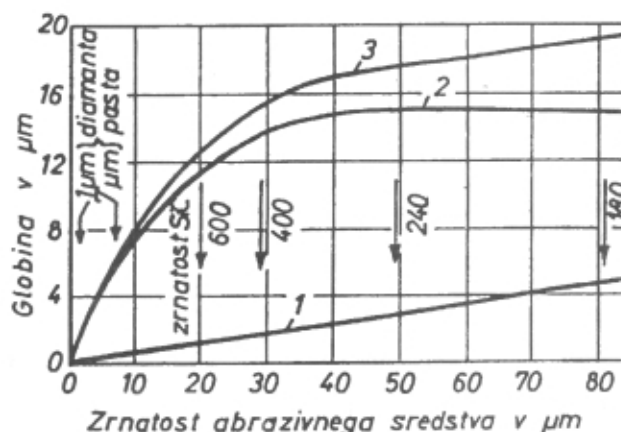
S prekomernim poliranjem ne moremo popraviti napak, ki so nastale v predhodnih fazah mehanske obdelave površine. Nasprotno, prekomerno poliranje povzroči reliefnost površine vzorca.

Povprečna velikost abrazivnih zrn v polirnih pastah je 0,2 do 2  $\mu\text{m}$ . Na voljo imamo veliko izbiro polirnih past. Izbira abraziva je odvisna od vrste materiala vzorca, njegove velikosti in oblike, od začetne hrapavosti in od zelene končne hrapavosti. Univezavno sredstvo za mehansko poliranje je glinica  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (zrnatost od 1 do 0,05  $\mu\text{m}$ ). Glinica je uporabna predvsem za poliranje žilavih kovin, kot so legirna in hitrorezna jekla ter kovano in lito železo. V praksi se uporabljajo tudi polirne paste na osnovi železovega oksida  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (rdeča polirna pasta - uporablja se za poliranje mehkih kovin in zlitin), kromovega oksida  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (zelena pasta, ki je nekoliko ostrejša - uporablja se za poliranje trdih kovin in zlitin). Diamantna pasta se uporablja za bolj občutljive materiale s heterogeno mikrostrukturo.

Delovni parametri pri brušenju in poliranju so pritisk, hitrost in čas brušenja. Prevelik pritisk vzorca ob brusni papir oz. polirni kolut lahko povzroči segrevanje le-tega in posledično spremembe v mikrostrukturi. Zato pritisk na vzorec ne sme biti prevelik, še zlasti ne pri poliranju. V splošnem je zaželeno, da so časi brušenja kratki, čas poliranja pa čim daljši. Vendar pa se pri dolgih časih poliranja z vsemi polirnimi pastami razen z diamantno lahko pojavi reliefna površina. Čim trši je material vzorca, tem manjša naj bo hitrost brušenja in poliranja, da se vzorec preveč ne segreje. To pa ne velja za ekstremno trde materiale, kot je npr. keramika. Da bi se med brušenjem in poliranjem izognili preferenčno orientiranim brazdam na površini vzorca, ga moramo pri vsakem koraku obdelave zavrteti za 90°.

Na kratko omenimo še **elektropoliranje**, o katerem smo v Vakuumistu že pisali /4/. Elektropoliranje je obratni proces galvanizacije. Obdelovanec je anoda, ki se raztaplja v elektrolitu, in sicer najbolj na mestih, kjer je gostota električnega toka največja (konice in druge izbokline na površini vzorca).

Za čiščenje površin pred nanosom tako galvanskih kot tudi vakuumskih tankih plasti se pogosto uporablja postopek **finega peskanja**. Pri peskanju uporabljamo kot rezalno sredstvo kremenov pesek (ne pozabimo, da je le-ta nevaren zdravju, saj povzroča silikozo), zmlet korund, litoželezne ali jeklene kroglice. Značilna velikost zrn je 0,5-2  $\mu\text{m}$ , tlak zraka pa okrog 5 barov za kremenov pesek oz. 3-4 bare za korund. Za litoželezne in jeklene kroglice so potrebni še višji tlaki.



Slika 1: Hrapavost (1) in globina deformiranega področja (2) po brušenju in poliranju v odvisnosti od zrnatosti brusnih in polirnih sredstev /1,2/

- /1/ G. Petzow, Metallographisches Ätzen, Gebrüder Bornträger, Berlin, 1976, angleško verzijo knjige je izdala American Soc. For Metals, Metals Park, Ohio  
 /2/ S. Spaič, Metalografska analiza, Univerza v Ljubljani, 1993  
 /3/ B. Bhushan, B. K. Gupta, Handbook of tribology, McGraw-Hill, New York, 1991, pog. 7  
 /4/ J. Gasperič, Vakuumist, 15, 1 (1995) 32

Dr. Peter Panjan  
 Institut "Jožef Stefan"  
 Jamova 39, 1000 Ljubljana