

The background is a vibrant, abstract composition of overlapping geometric shapes. At the top, there are large, overlapping triangles in shades of red, orange, yellow, and purple. Below these are three large, overlapping circles in shades of green, blue, and yellow. The bottom half of the image is dominated by a large, dark blue circle containing white line art of three rectangular shapes, possibly representing metal samples or test pieces.

Методические указания
и теория подготовки
металлографических
образцов

Metallog Guide

СОДЕРЖАНИЕ

1. Введение	4
2. Цели и принципы подготовки, этапы подготовки образцов	5
3. Отрезание	7
3.1 Оборудование и расходные материалы	7
3.2 Основные параметры процесса отрезания	12
3.3 Характеристики и типы отрезных кругов	13
3.4 Выбор отрезного круга	15
3.5 Возможные проблемы при отрезании и пути их решения	18
4. Запрессовка образцов в смолы	20
4.1 Горячая запрессовка	21
4.1.1 Смолы для горячей запрессовки	21
4.1.2 Режимы горячей запрессовки	23
4.1.3 Оптимизация процесса и возможные дефекты горячей запрессовки	26
4.2 Холодная заливка	30
4.2.1 Смолы для холодной заливки	31
4.2.2 Оптимизация процесса холодной заливки и возможные дефекты	34
5. Шлифование и полирование образцов	44
5.1 Выбор шлифовально-полировального станка	44
5.2 Процессы снятия материала	50
5.3 Расходные материалы MD-System	52
5.4 Этапы подготовки	57
5.5 Параметры подготовки	59
5.6 Базовые методы подготовки	62
5.7 Основные правила подготовки шлифов	75
5.8 Основные дефекты при подготовке образцов	78
6. Электрохимические методы обработки	104
6.1 Основы электрохимических методов обработки и используемое оборудование	104
6.2 Основные параметры процесса электрохимической обработки	106
6.3 Методики электрохимической обработки, назначение электролитов, возможные проблемы обработки и их решение	111

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящие методические указания Metalog Guide разработаны для помощи специалистам лабораторий при подготовке материалографических образцов. Главной целью при составлении Metalog Guide являлась разработка краткого и понятного описания процессов подготовки образцов.

Компания «Struers A/S» (Дания) является мировым лидером в области производства оборудования и расходных материалов для подготовки образцов. Все знания объединены в систему, включающую разработку, сервисное обслуживание оборудования и техническую поддержку клиентов.

Все оборудование и расходные материалы Struers специально изготовлены друг для друга и в совокупности с технической и информационной поддержкой помогают пользователям достигать превосходных результатов на каждом этапе процесса подготовки образцов.

Знания

Struers обладает большим опытом в области разработки оборудования, расходных материалов и методов подготовки образцов, основанном на качественном контроле, всесторонних исследованиях и анализе всех неудач.

Struers постоянно совершенствует оборудование и расходные материалы для удовлетворения возрастающих потребностей высокотехнологичных компаний.

Качество

Struers имеет самое эффективное оборудование и обладает всеми необходимыми знаниями, которые гарантируют достижение оптимальных результатов без излишних затрат.

Все оборудование характеризуется высоким качеством изготовления и произведено в соответствии с требованиями международных стандартов. Высокое качество расходных материалов позволяет минимизировать время подготовки и сократить затраты.

Контроль

Struers рассматривает процесс подготовки образцов в целом. Поэтому наше оборудование и расходные материалы разрабатываются в тесной связи между собой.

Сотрудники компании внимательно и детально подходят к решению задач предприятий. Специально разработанные методики подготовки практически для всех материалов, основные из которых представлены в настоящем методическом пособии, дают нашим клиентам исчерпывающую информацию и постоянную поддержку в их повседневной работе.

2. ЦЕЛИ И ПРИНЦИПЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ

Целью подготовки образцов для материалографических исследований является выявление истинной структуры материала образца, независимо от того, металл ли это, керамика, пластик или какой-либо другой материал. Самый эффективный способ достижения этой цели – использовать отработанные методики подготовки.

Когда наша повседневная работа заключается в исследовании одного и того же материала в одинаковых условиях, мы хотим достигать аналогичных результатов каждый раз. Это означает, что результаты подготовки должны быть легко воспроизводимы. Философия компании Struers в области пробоподготовки основывается на 5 принципах:

1. Системная подготовка образцов

Подготовка образцов основывается на определенных правилах, которые применимы для большинства материалов. Различные материалы с соответствующими им свойствами (твердость и пластичность) обрабатываются одинаково и требуют одинаковых расходных материалов в процессе подготовки. Таким образом, мы можем отобразить все материалы на диаграмме Metalogram (стр.63) в зависимости от их свойств.

2. Воспроизводимость результатов

Методы подготовки разработаны для наилучшей воспроизводимости результатов подготовки. Для этого, в первую очередь, требуется высокое качество используемых расходных материалов. Другим фактором является контроль параметров процесса подготовки:

- скорость и направление вращения
- усилие на образец
- количество и тип абразива
- время подготовки

Все эти факторы имеют определяющее значение для результатов подготовки. Многие из них могут регулироваться и контролироваться автоматически.

3. Истинная структура

Структура, полученная в результате идеальной подготовки и не имеющая дефектов, называется истинной структурой. В идеальном случае мы заинтересованы в анализе поверхности образца, которая отображает истинную структуру материала. На практике наши требования заключаются в отсутствии на поверхности образца следующих дефектов:

- деформации
- царапин
- выбоин
- внедрения инородных частиц
- смазывания
- рельефа поверхности или завала края
- термических повреждений

Тем не менее, при механической подготовке не всегда возможно избежать всех указанных выше дефектов. В той или иной степени некоторые из них будут присутствовать на поверхности образца, но они не будут видимы при исследовании на оптических микроскопах. Эти минимальные повреждения не оказывают влияния на результаты исследований.

4. Допустимые результаты подготовки

В большинстве случаев наличие отдельных царапин или небольшой завал края не важны для исследователя. Окончательная поверхность образца должна быть настолько хорошей, насколько нам это необходимо для получения объективных результатов исследования. Любая подготовка с чрезмерными требованиями будет только увеличивать время и стоимость процесса.

5. Экономическая эффективность

Время подготовки, работа оператора и количество используемых расходных материалов в течение всего процесса подготовки являются важными факторами.

Самые дешевые расходные материалы не всегда дают минимальную стоимость подготовки из расчета на один образец.

ЭТАПЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ

Процесс подготовки материалографических образцов, как правило, состоит из следующих этапов:

- Отрезание
- Запрессовка или заливка в смолу
- Механическая подготовка (шлифование и полирование)
- Электрохимическая подготовка (электрополирование и электротравление)

На каждом из этапов подготовки может быть использовано полу- или полностью автоматическое оборудование, которое обеспечит воспроизводимость получаемых результатов, постоянно высокое качество образцов и снизит влияние человеческого фактора на результат подготовки.

Более подробно этапы подготовки образцов будут описаны ниже в соответствующих разделах.



3. ОТРЕЗАНИЕ

В зависимости от размеров образца для проведения металлографических исследований может потребоваться дополнительное его разделение на более мелкие части.

Для облегчения и ускорения дальнейшей подготовки требуется максимально плоская и минимально деформированная поверхность. Наиболее подходящий метод – это абразивное мокрое отрезание, при котором происходит минимальное повреждение материала. При абразивном мокром отрезании используются отрезные круги, состоящие из абразива и связующей составляющей. Охлаждающая жидкость омывает круг во избежание повреждения образца из-за перегрева и смывает абразив с разрезаемой поверхности.

3.1 ОБОРУДОВАНИЕ И РАСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Компания «Struers A/S» предлагает широкий диапазон станков для отрезания металлографических образцов – от высокопроизводительных напольных станков для резки крупногабаритных деталей до высокоточных настольных моделей. Широкий модельный ряд отрезного оборудования, включающий автоматические и ручные станки, охватывает широкий ряд материалов и требований к производительности. Условно все отрезные станки Struers можно разделить на две группы:

- отрезные станки общего применения;
- отрезные станки высокой точности.

ОТРЕЗНЫЕ СТАНКИ ОБЩЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

Exotom-150

- Очень простое управление – всего две кнопки. Программирование не требуется
- Беспрецедентные возможности и доступность
- До четырех режимов отрезания
- Два типа отрезных столов: фиксированный и перемещаемый
- Обозначение места реза лазером
- Уникальные технологии и возможности:
 - ExciCut – простая резка самых твердых образцов
 - OptiFeed – автоматический контроль скорости подачи
 - AxioCut – специальный режим резки больших заготовок
- Варьируемая предварительная установка – гибкое позиционирование диска
- Три операционных режима – разделение уровня доступа к настройкам



Рис. 3.1
Отрезной станок Exotom-150

Axitom

- Большая отрезная камера
- Два автоматических стола
- Простое и удобное управление с помощью джойстика и многофункциональной кнопки
- Автоматические режимы резания:
 - ExciCut – простая резка самых твердых образцов
 - AxioCut – специальный режим резки больших заготовок
 - MultiCut – автоматическая серийная резка образцов
 - OptiFeed – автоматический контроль скорости подачи
 - AxioWash – программа автоматической чистки станка



Рис. 3.2
Отрезной станок Axitom

Discotom-60/-65

- Комбинированный станок для автоматической и ручной резки
- Автоматическое снижение скорости подачи для быстрой резки твердых материалов
- Программируемая позиция останова и три режима останова
- Большой дисплей и удобное управление столом с помощью джойстика
- Освещение отрезной камеры
- Изменяемая скорость вращения отрезного круга позволяет резать как мягкие, так и твердые материалы одним кругом



Рис. 3.3
Отрезной станок Discotom-60

Discotom-6

- Комбинированный станок для автоматической и ручной резки
- Постоянная скорость подачи обеспечивает минимальную деформацию
- Автоматическое снижение скорости подачи для быстрой резки твердых материалов
- Быстрая установка и легкий выбор положения «Стоп»
- Эффективная система охлаждения исключает риск возникновения прижога
- Автоматическое блокировочное устройство обеспечивает максимальную безопасность оператора



Рис. 3.4
Отрезной станок Discotom-6

Labotom-5

- Ручной отрезной станок
- Быстрозажимное устройство позволяет легко фиксировать образцы неправильной формы
- Настольная модель
- Отрезание без деформации и прижога
- Рециркуляционное охлаждение



Рис. 3.5
Отрезной станок Labotom-5

Unitom-2

- Высокая отрезная способность
- Мощная и простая в эксплуатации система очистки станка
- Отрезание без деформации и прижога
- Рециркуляционное охлаждение



Рис. 3.6
Отрезной станок Unitom-2

ОТРЕЗНЫЕ СТАНКИ ВЫСОКОЙ ТОЧНОСТИ

Accutom-50/-5

- Высокоточное позиционирование
- Регулируемая скорость подачи
- Регулируемая нагрузка
- Автоматическое вращение образца или осцилляция
- Регулируемая скорость вращения отрезного круга
- ЖК-дисплей, отображающий выбранные параметры резки
- Встроенная база данных по различным отрезным кругам и соответствующим параметрам резки
- Высокий уровень безопасности



Рис. 3.7
Отрезной станок Accutom-50

Secotom-15

- Настольный прецизионный отрезной станок с передвижным отрезным столиком и регулируемой скоростью
- Автоподача. Электронный контроль скорости подачи
- Моторизированное позиционирование отрезного диска и образца с цифровой индикацией. Функция OptiFeed
- Встроенная база данных по различным отрезным кругам и соответствующим параметрам резки
- Просторная отрезная камера обеспечивает оптимальную доступность и вместимость
- Большой подвижный моторизованный отрезной стол управляется джойстиком и позволяет резать большие габаритные образцы



Рис. 3.8
Отрезной станок Secotom-15

Secotom-50

- Настольный прецизионный отрезной станок с передвижным отрезным столиком и регулируемой скоростью
- Автоподача. Электронный контроль скорости подачи
- Моторизированное позиционирование отрезного диска и образца с цифровой индикацией. Функции ExciCut и OptiFeed
- Просторная отрезная камера обеспечивает оптимальную доступность и вместимость
- Большой подвижный моторизованный отрезной стол управляется джойстиком и позволяет резать большие габаритные образцы



Рис. 3.9
Отрезной станок Secotom-50

Secotom-1

- Большой отрезной столик с подсветкой и легко регулируемые направляющими для печатных плат
- Простое управление – программирование не требуется



Рис. 3.10
Отрезной станок Secotom-1

Minitom

- Простота управления и обслуживания
- Высокая точность позиционирования
- Идеален для отрезания небольших образцов



Рис. 3.11
Отрезной станок Minitom

ОТРЕЗНЫЕ КРУГИ

При абразивном мокром отрезании используются отрезные круги, состоящие из абразива и связующей составляющей.

В зависимости от отрезаемого материала могут понадобиться круги различного состава. Твердость и пластичность материала влияют на выбор отрезного круга. Керамика и спеченные карбиды режутся алмазами в металлической или бакелитовой связке. Для резания черных металлов обычно используется оксид алюминия (Al_2O_3) в бакелитовой связке. Для более твердых черных металлов используются круги из кубического нитрида бора (CBN).

Цветные металлы режутся карбидом кремния (SiC) в бакелитовой связке. Более подробно характеристики и типы отрезных кругов будут рассмотрены ниже.



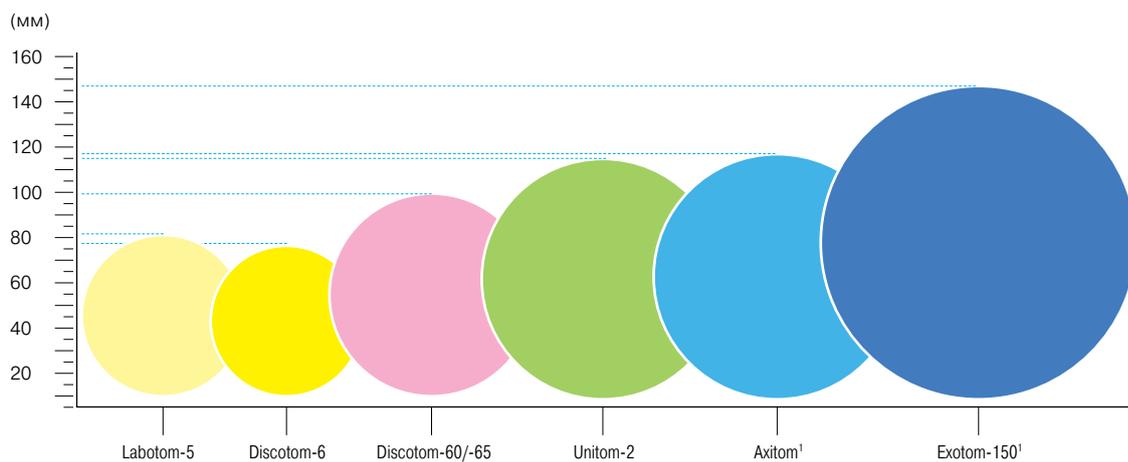
Рис. 3.12
Отрезные круги

БЫСТРЫЙ ВЫБОР ОТРЕЗНОГО СТАНКА

Для быстрого выбора отрезного станка по его отрезной способности можно воспользоваться приведенными ниже диаграммами и таблицей, в которых указана максимальная отрезная способность станков.

Для выбора отрезного станка общего назначения воспользуйтесь диаграммами, приведенными на рис. 3.13 и рис. 3.14, а для выбора отрезного станка высокой точности воспользуйтесь Таблицей 1.

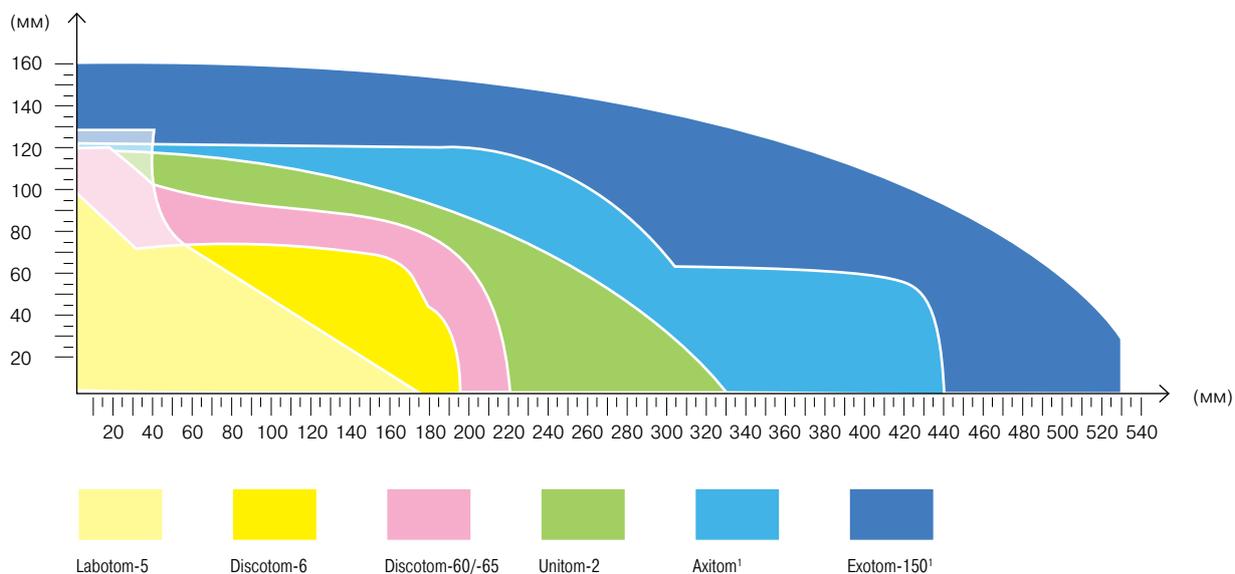
Максимальный диаметр заготовки, мм



¹ В режиме AxioCut

Рис. 3.13

Максимальные размеры заготовки, мм



¹ В режиме AxioCut

Рис. 3.14

Таблица 1
Отрезная способность отрезных станков высокой точности

Отрезной станок	Максимальный диаметр заготовки, мм	Максимальные размеры заготовки, мм
Accutom-5/-50	Отрезной диск $\varnothing 127$: $\varnothing 40$ или $\varnothing 80$ с вращением Отрезной диск $\varnothing 152$: $\varnothing 50$ или $\varnothing 100$ с вращением	30x80
Secotom-1/-15/-50	$\varnothing 70$	165x50
Minitom	$\varnothing 40$	35x40

3.2 ОСНОВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПРОЦЕССА ОТРЕЗАНИЯ

Режим резания характеризуют три основных параметра:

- длина дуги контакта
- скорость подачи
- скорость вращения отрезного круга

Длина дуги контакта – это длина дуги, по которой отрезной круг касается образца. От длины дуги контакта зависит усилие резания. Чем больше дуга контакта, тем большее сопротивление встречает отрезной круг и тем больше нагрузка на двигатель станка. Поэтому резание необходимо проводить так, чтобы длина контакта была наименьшей (см. рис. 3.15).

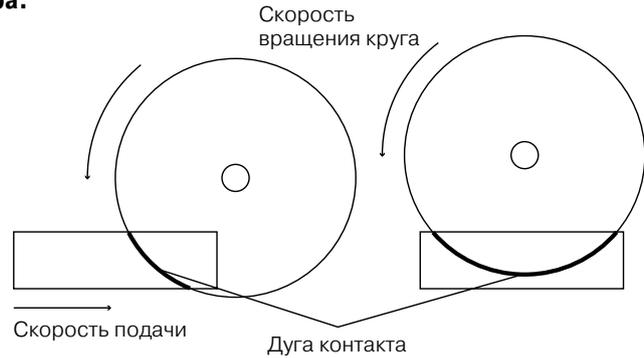


Рис. 3.15
Основные параметры процесса отрезания

Скоростью подачи называется величина перемещения отрезного круга или обрабатываемого образца в единицу времени, обычно задается в мм/с. От этого показателя нагрузка на двигатель зависит еще в большей степени, чем от длины дуги контакта. Кроме того, при очень высокой скорости подачи отрезной круг может разрушиться. Скорость подачи определяется твердостью и пластичностью материала образца, зависит от типа отрезного диска и подбирается индивидуально для каждого конкретного случая.

Скоростью вращения отрезного круга определяется скорость перемещения режущих частиц (абразива) относительно образца. Скорость перемещения режущих частиц зависит от диаметра отрезного диска. Так, в случае расходимого отрезного диска его диаметр уменьшается по мере износа, что влечет за собой уменьшение скорости перемещения режущих частиц, а следовательно уменьшается и объем удаляемого материала. Для того чтобы сохранить объем удаляемого материала постоянным независимо от диаметра круга, фирмой Struers разработаны специальные отрезные круги – более подробно их свойства будут рассмотрены ниже.

Помимо описанных выше параметров процесса отрезания, есть еще два не менее важных – это охлаждение и смазка образца и отрезного круга в процессе отрезания. Для этого применяется специальная смазывающе-охлаждающая жидкость (СОЖ), которая обеспечивает эффективное охлаждение и смазку во время отрезания. Охлаждение необходимо для отвода тепла из зоны резания для предотвращения сильного окисления поверхности (прижогов) и структурных изменений в материале образца вследствие нагрева до высокой температуры. Смазка необходима для снижения трения и, как следствие, уменьшения выделяемой при резании теплоты. Кроме того, благодаря образованию на контактирующих поверхностях тонких пленок, предотвращающих явления адгезии и схватывания абразивных частиц с поверхностью образца, смазка предотвращает «засаливание» отрезного круга, увеличивает его срок службы и повышает качество реза. Также СОЖ вымывает стружку и продукты износа круга из зоны резания, что предотвращает их внедрение в поверхность образца.

Все параметры резания тесно связаны между собой и требуют оптимизации в каждом конкретном случае для получения наивысшего качества поверхности образца после отрезания, что необходимо для сокращения времени последующей обработки образца.

3.3 ХАРАКТЕРИСТИКИ И ТИПЫ ОТРЕЗНЫХ КРУГОВ

При абразивном мокром отрезании используются отрезные круги, состоящие из частиц абразивного материала, скрепленных между собой связующей основой. Значительную часть объема отрезного круга занимают воздушные поры.

В отличие от отрезания в производственных условиях, когда скорость является главным определяющим фактором, отрезание образцов для материалографических исследований предусматривает высокие требования к большому числу факторов: скорость, шероховатость и плоскостность поверхности, отсутствие нагрева поверхности образца при резке, а также минимальные механические деформации. Отрезные круги Struers специально разрабатываются для материалографической подготовки образцов: с их использованием образцы имеют превосходное состояние поверхности для последующего технологического шага пробоподготовки.

При отрезании для различных материалов применяют различные абразивы: оксид алюминия (Al_2O_3) или карбид кремния (SiC) в бакелитовой связующей основе используются для резки большинства металлов.

Выбор типа связующей основы должен основываться на оценке твердости материала образца. Мягкие материалы необходимо резать с помощью отрезных кругов, имеющих твердую связующую основу, так как абразивные частицы сохраняют свои режущие характеристики в течение достаточно длительного времени. Более твердые материалы требуют применения мягкой смоляной связующей основы, что обеспечивает быструю смену абразивных частиц. Связующие основы классифицируются в соответствии с их способностью удерживать или терять абразивные частицы.

Для резания материалов с твердостью выше HV 700 в качестве абразива используют алмаз или кубический нитрид бора CBN (cubic boron nitride). Из-за высокой стоимости этих абразивов только внешняя грань отрезного круга покрывается абразивными частицами на смоляной или металлической связующей основе. Отрезные круги с металлической связующей основой используются для резания хрупких материалов, например, керамики или минералов, а круги с бакелитовой связующей основой используются для более пластичных материалов, например, сталей.

Помимо абразивных частиц, основная разница между алмазными/CBN кругами и SiC/ Al_2O_3 кругами заключается в конструкции.

Алмазные/CBN круги дольше сохраняют эффективность из-за чрезвычайной твердости абразивных частиц и прочной основы, удерживающей их. Абразив размещен тонким слоем на режущей поверхности металлического диска. Это долговечные отрезные диски. Алмазные круги выпускаются двух типов, с различной основой для абразива – металлической и бакелитовой. Оба типа используются для отрезания материалов повышенной твердости. Металлическая основа используется для более хрупких материалов, таких как керамика. Бакелитовая основа используется для резки таких материалов, как спеченные карбиды. CBN круги выпускаются только с бакелитовой связующей основой и используются для резки очень твердых черных металлов, таких как белые чугуны.

Другие абразивы, SiC и Al_2O_3 , изнашиваются быстрее, но они дешевле. Поэтому весь объем круга состоит из абразива и связующей основы. Такие круги называются расходными. Характеристики резания этих кругов варьируются в зависимости от свойств основы.

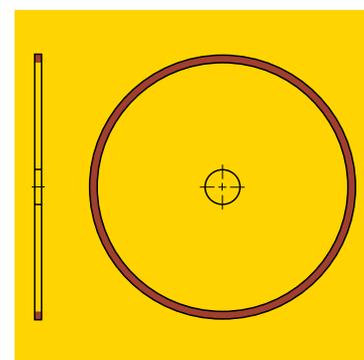


Рис. 3.16
Конструкция алмазного/CBN круга

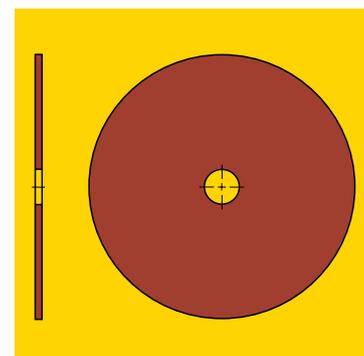


Рис. 3.17
Конструкция SiC/ Al_2O_3 круга

В предыдущем разделе упоминались специальные отрезные круги для более эффективного охлаждения и поддержания постоянного объема удаляемого материала.

На рис. 3.18 представлен отрезной круг с рельефной поверхностью в виде шестигранников. СОЖ по каналам между шестигранниками попадает непосредственно в зону резания, чего не происходит при использовании обычного отрезного диска.

Такая конструкция отрезного диска обеспечивает более эффективное охлаждение и смазку, а также вымывание мелких продуктов износа из зоны резания, что повышает качество поверхности образца.

На рис. 3.19 изображена конструкция отрезного диска, обеспечивающего постоянную скорость удаления материала независимо от диаметра диска. В таком отрезном диске концентрация абразивных частиц увеличивается от края диска к его центру, что позволяет сохранить объем удаляемого материала постоянным независимо от диаметра диска.



Рис. 3.18
Отрезной круг с рельефной поверхностью

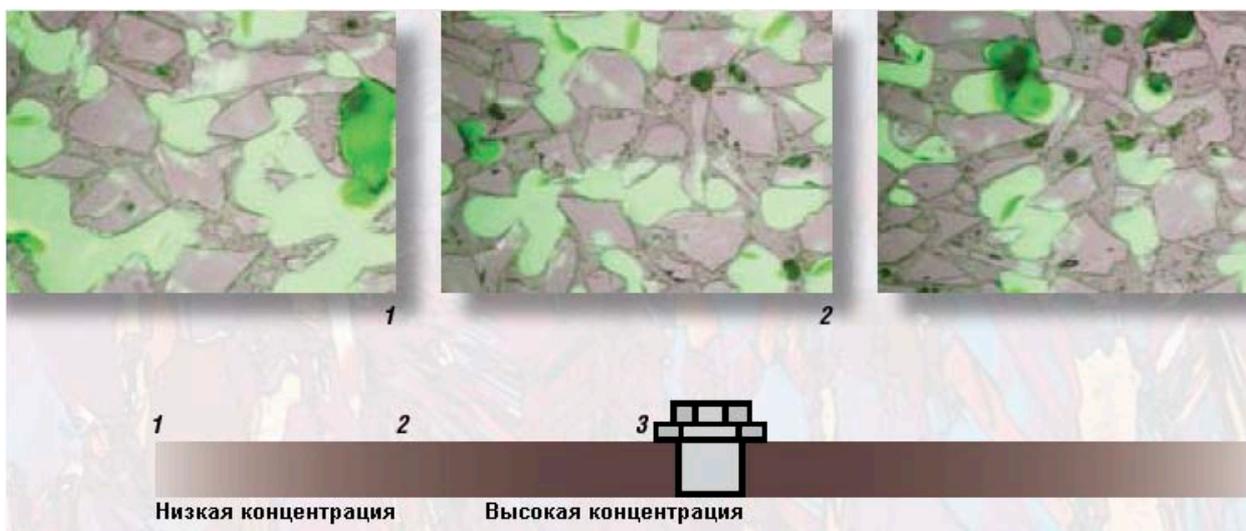


Рис. 3.19
Конструкция отрезного круга с переменной концентрацией абразивных частиц

3.4 ВЫБОР ОТРЕЗНОГО КРУГА

Правильный выбор отрезного круга заключается не только в решении вопроса качества подготовки, это также лучший способ сэкономить время и расходные материалы. Корректно выбрав отрезной круг для практического применения, можно получить качественную поверхность, требующую меньшего количества дополнительных этапов подготовки. А значит, можно обрабатывать образцы за меньшее время и при меньших затратах.

Если твердость разрезаемого образца известна, то для правильного выбора типа отрезного круга воспользуйтесь приведенной на рис. 3.20 диаграммой.

Твердость (HV) материала указана слева. Найдите твердость материала на оси Y и двигайтесь вправо до пересечения с выделенным участком диаграммы. Цвет и номер каждого участка диаграммы определяют тип отрезного круга. Каждый тип отрезного круга перекрывает определенный диапазон твердости. Если пересекаются сразу несколько выделенных участков, то определяющим будет являться тот, на котором твердость образца наиболее приближена к центру. Определите номер отрезного диска по оси X. Номера дисков обозначены римскими цифрами, а в таблице 2 на стр. 16 указаны основные параметры дисков и код заказа в зависимости от отрезного станка.

Если твердость разрезаемого материала неизвестна, то воспользуйтесь классификацией материалов в нижней части диаграммы и определите номер диска.

Пример:

Для материала твердостью 500HV наиболее подходящим будет диск с номером VI.

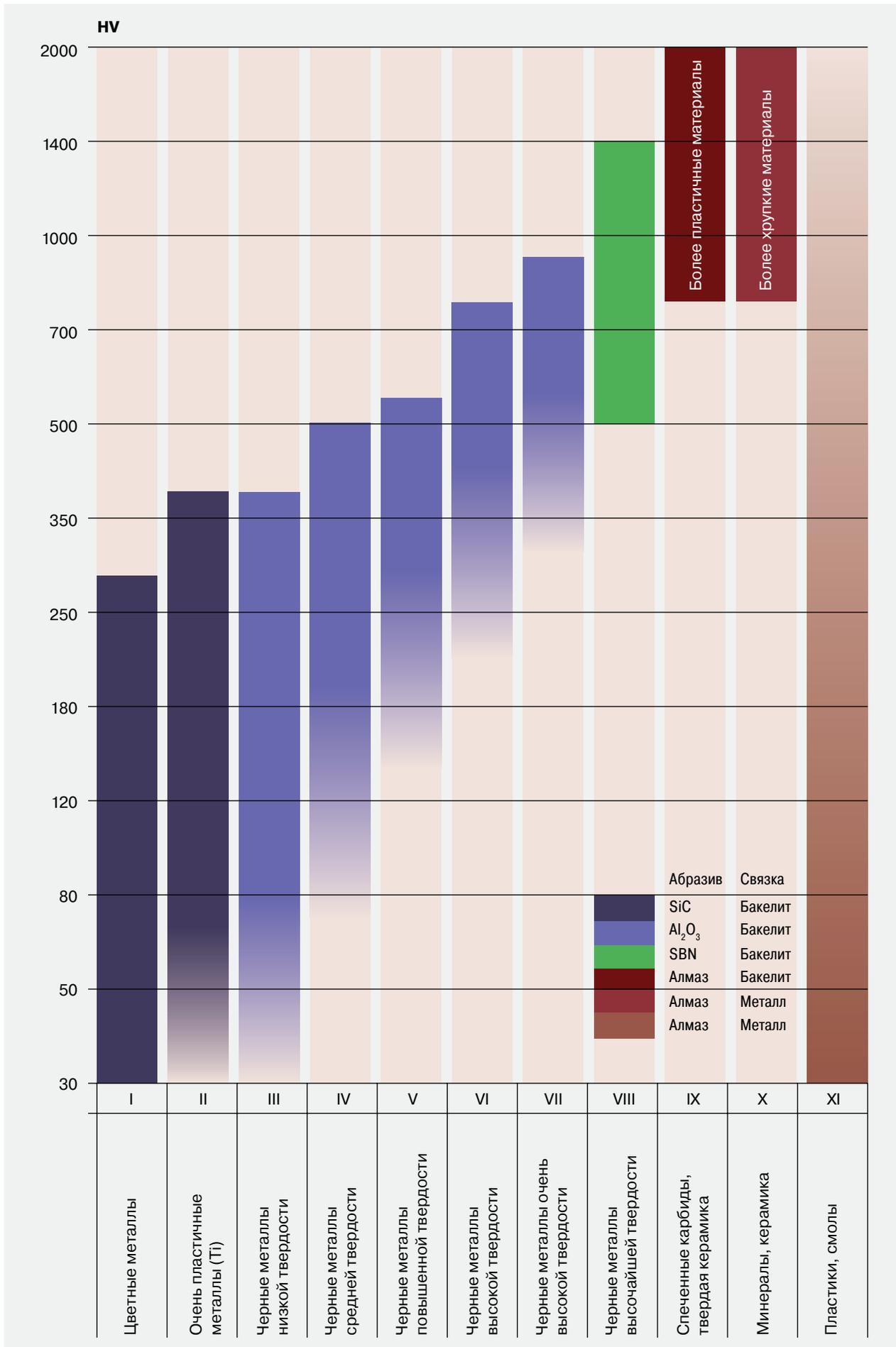


Рис.3.20
 Диаграмма выбора отрезного диска

Таблица 2
Основные параметры отрезных дисков

Применение		Номер отрезного диска на диаграмме										
Отрезной станок	Размеры* (мм)	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI
Exotom-100/-150	432x3,0x32	10S43	10S43		30A43	40A43 42A43 ¹⁰	50A43 52A43 ¹⁰	60A43 62A43 ¹⁰	108MA ¹	B0D35 ²	M0D35 ²	89EXO ³
Axitom (1959 об./мин)	350x2,5x32	10S35	20S35	20A35	20A35	30A35	40A35	50A35 56A35 ¹²	88EXO ⁶	B0D35 ² B7D35 ^{2/15}	M0D35 ²	89EXO ³
Exotom/Unitom-2/-5/-50 (2775 об./мин)		10S35	30S35	20A35	30A35	40A35	50A35 56A35 ¹²	60A35 66A35 ¹²	88EXO ⁶	B0D35 ² B7D35 ^{2/15}	M0D35 ²	89EXO ³
Unitom / Discotom-50/-60/-65	300x2,0x32	10S30	20S30		30A30	40A30	50A30	60A30	B0C31 ⁴	B0D31 ⁴	M0D31 ⁵	59UNI ⁵
Discotom-5/-6/Labotom-3/-5	250x1,5x32	10S25	20S25	20A25	30A25	40A25 46A25 ¹²	54A25 50A25 ¹¹ 56A25 ¹²	60A25 66A25 ¹²	B0C25 ⁸	B0D25 ⁸	M0D25 ⁸	E0D25
Discotom / Labotom	235x1,5x22	10S24	20S24		33A25 ⁹	40A24	50A24	60A24				
Discoplan-TS	200x1,0x22				30A24					23TRE	M4D20	
1) 406x1,8x32 2) 350x1,5x32 3) 356x1,8x32 4) 305x1,8x32 5) 305x1,5x32 6) 356x1,8x32 7) Ш=1,3 8) Ш=1,1 9) Ш=0,8 10) Упрочнен стекловолокном 11) Для твердых и пластичных материалов, никелевых сплавов 12) 3-D отрезной круг 13) Ш=0,6 14) Ш=0,4 15) Для спеченных карбидов в стали												
Прецизионные отрезные станки	Размеры* (мм)	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI
Secotom-1/-15/-50**	200x0,8x22	10S20	10S20	30A20	30A20	50A20	50A20	50A20	B0C20	B0D20	M0D20 ¹³ M1D20 ¹³	E1D20
Accutom-5/-50	150x0,5x12,7	10S15 SAW 13	10S15	40A15 30A15	40A15 30A15	50A15	50A15	50A15	B0C15	B0D15	B0D15 M1D15	E0D15 SAW13
Accutom-2	125x0,5x12,7	30A13	30A13	30A13	30A13	50A13	50A13	50A13	B0C13	B0D13 ¹³	M0D13 ¹⁴ M1D13 ¹⁴	M1D13 ¹⁴
Minifom	125x0,5x12,7	M1D13 ¹⁴	M1D13 ¹⁴	B0C13 ¹³	B0C13 ¹³	B0C13 ¹³	B0C13 ¹³	B0C13 ¹³	B0C13 ¹³	B0D13 ¹³	M0D13 ¹⁴ M1D13 ¹⁴	M1D13 ¹⁴
Диски специальных размеров	100x0,3x12,7	Эти диски применяются на станках Accutom-2/-5/-50 и Secotom-15/-50										
	75x0,15x12,7	при отрезании мелких образцов или при выполнении высокоточного отрезания										
*) Диаметр x Ширина x Диаметр посадочного отверстия **) На Secotom-1 применяются только M0D20 и B0D20												

3.5 ВОЗМОЖНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ПРИ ОТРЕЗАНИИ И ПУТИ ИХ РЕШЕНИЯ

В приведённой ниже таблице 3 рассмотрены возможные проблемы при отрезании и пути их решения.

Таблица 3
Возможные проблемы при отрезании и пути их решения

Проблема	Причина	Действие
Отрезной диск не режет или перестал резать через некоторое время.	Неправильно выбран отрезной диск, притупление режущих кромок абразива, «засаливание» диска.	Используйте подходящий диск с более мягкой связкой, в случае очень твёрдого материала используйте алмазный или CBN диск. В случае использования алмазного или CBN диска необходимо выполнить очистку режущей кромки.
	Слишком большая длина дуги контакта.	Если возможно, увеличьте подачу (усилие резания). Переустановите образец так, чтобы уменьшить длину дуги контакта.
Отрезной диск очень быстро расходуются.	Диск слишком мягкий.	Используйте более твёрдый диск.
Отрезной диск вибрирует.	Диск неровный.	Замените диск.
	Диск неправильно закреплён.	Закрепите диск.
	Диск слишком твёрдый.	Замените диск на более мягкий или снизьте скорость подачи.
	Износ подшипников.	Необходима замена подшипников.
Отрезной диск разрушается.	Очень высокая скорость подачи.	Снизьте скорость подачи.
	Нежестко закреплён образец.	Закрепите образец.
	Диск изгибается при отрезании.	Если поверхность образца наклонная или сферическая (не перпендикулярная плоскости диска), то при врезании диска в образец на большой подаче диск может скользя по этой поверхности и изогнуться, поэтому врезаться необходимо на малой подаче или предварительно делать насечку.
	Диск зажимается образцом.	Необходимо закреплять не только образец, но и отрезаемую часть.
Отрезной диск уводит в сторону.	Нежестко закреплён образец.	Закрепите образец.
	Диск изгибается.	Если поверхность образца наклонная или сферическая (не перпендикулярная плоскости диска), то при врезании диска в образец на большой подаче диск может скользя по этой поверхности и изогнуться, поэтому врезаться необходимо на малой подаче или предварительно делать насечку.
	Очень высокая скорость подачи	Снизьте скорость подачи.

Таблица 3
(продолжение)

Проблема	Причина	Действие
Следы прижога на образце.	Диск слишком твердый или слишком толстый.	Используйте более мягкий или тонкий диск.
	Слишком высокая/низкая скорость подачи.	Измените скорость подачи.
	Диск «засаливается».	Используйте более мягкий диск.
	Слишком большая длина дуги контакта.	Переустановите образец или используйте более мягкий диск.
	Недостаточное охлаждение.	Проверьте работоспособность охлаждающей системы и уровень охлаждающей жидкости.
Охлаждающая жидкость пенится или неприятно пахнет.	Недостаточная концентрация присадки в охлаждающей жидкости.	Замените охлаждающую жидкость, промойте бак антибактериальным средством.



4. ЗАПРЕССОВКА ОБРАЗЦОВ В СМОЛЫ

Для облегчения последующей подготовки и улучшения ее результатов образцы могут быть запрессованы в различные смолы. Если необходимо хорошее удержание края или имеется поверхностный слой, то для достижения наилучших результатов такой образец должен быть обязательно запрессован в смолу для дальнейшей подготовки.

Для достижения наилучших результатов, а также для лучшей адгезии со смолой поверхность образца должна быть обязательно очищена от смазки и других загрязнений.

Существуют два основных вида процесса: горячая запрессовка и холодная заливка. В зависимости от количества образцов, их типа и предъявляемых требований оба метода имеют свои преимущества.

Горячая запрессовка идеально подходит для запрессовки образцов в том случае, когда необходимо высокое качество запрессовки. В результате мы имеем одинаковый размер и форму образцов, хорошее удержание края и плоскопараллельность.

Холодная заливка подходит для большого количества образцов, поступающих в лабораторию одновременно, а также для единичных образцов.

В целом, смолы для горячей запрессовки более дешевые, но для работы с ними требуется специальный пресс. Некоторые смолы для холодной запрессовки можно использовать для вакуумной импрегнации.

4.1 ГОРЯЧАЯ ЗАПРЕССОВКА

Горячая запрессовка является идеальным решением, когда требуется достижение высокого качества подготовки, стандартного размера и формы, а также минимальное время подготовки. Горячая запрессовка проводится с использованием специальных прессов, в которых образец помещается в запрессовочный цилиндр вместе со специальной смолой для запрессовки. Получение образца происходит при температуре до 200 °С и прилагаемом усилии до 50 кН с последующим охлаждением.

Во всех прессах Struers для охлаждения образцов используется вода, что обеспечивает минимальное время процесса.

CitoPress-10/-20

- Автоматический пресс для горячей запрессовки образцов в различные смолы с одним (CitoPress-10) или двумя (CitoPress-20) запрессовочными блоками.
- Комплектуется программируемым регулятором процесса и встроенной базой данных.
- Два прессовочных блока с отдельной и синхронной работой, что экономит пользователю до 40% рабочего времени.
- Автоматическая регулировка и установка параметров: усилие, температура, нагрев, охлаждение, старт/стоп.
- CitoPress обеспечивает минимальное время запрессовки и максимально простое управление.
- Скорость заметно увеличивается при использовании системы дозирования CitoDoser.
- Уникальная автоматическая система дозирования позволяет заранее устанавливать дозировку и расход смолы.



Рис. 4.1
CitoPress-20

CitoPress-1

- Автоматический электрогидравлический пресс для горячей запрессовки образцов.
- Один прессовочный блок.
- Автоматически регулируемые параметры программы: усилие, температурный режим, время нагрева и охлаждения, старт/стоп.
- Идеально подходит для лабораторий с небольшим объемом работ.



Рис. 4.2
CitoPress-1

4.1.1 СМОЛЫ ДЛЯ ГОРЯЧЕЙ ЗАПРЕССОВКИ

Существуют два основных типа смол:

Термореактивные – затвердевают при высоких температурах.

Термопластичные – размягчаются при высоких температурах и затвердевают при охлаждении.

В таблице 4 на стр. 22 представлены свойства, составы и назначение смол для горячей запрессовки.

Таблица 4
Назначение и свойства смол для горячей запрессовки

Смола	Назначение	Особые свойства	Состав	
ClaroFast	Используется для осмотра образца во время пробоподготовки, например, при шлифовании до заданной точки на поверхности образца. Также обычно используется в качестве изоляционной основы, когда необходима запрессовка с ConduFast.	Термопластичная. Прозрачная. Средняя усадка.	Акриловая смола.	
ConduFast	Используется для электролитического полирования.	Термопластичная. Электропроводящая. Очень низкая усадка.	Акриловая смола с металлическим наполнителем.	
IsoFast	Удержание края твердых материалов.	Термоактивная. Низкая скорость снятия. Низкая усадка.	Диафталат со стеклянным наполнителем.	
DuroFast	Получение максимальной плоскости образца и хорошего удержания края.	Термоактивная. Высокая адгезия к образцу. Низкая скорость снятия. Очень низкая усадка.	Эпоксидная смола с высоким содержанием минерального наполнителя.	
LevoFast	Удержание края материалов с низкой и средней твердостью.	Термоактивная. Высокая скорость снятия. Очень низкая усадка.	Меламин с минеральным и стеклянным наполнителями.	
PolyFast	Исследования в СЭМ и для хорошего удержания края.	Термоактивная. Электропроводящая. Средняя скорость снятия. Очень низкая усадка.	Фенольная смола с углеродным наполнителем.	
MultiFast	Повседневная запрессовка образцов средней твердости. MultiFast предлагается трех цветов: черная, зеленая, коричневая.	Термоактивная. Средняя скорость снятия. Средняя усадка.	Фенольная смола с древесным наполнителем.	
Pre-Mount	Быстрая и легкая повседневная запрессовка образцов простой формы.	Термоактивная. Низкая усадка.	Фенольная смола с древесным наполнителем, в таблетках.	

4.1.2 РЕЖИМЫ ГОРЯЧЕЙ ЗАПРЕССОВКИ

В приведенных ниже таблицах 5-7 представлены рекомендуемые режимы горячей запрессовки образцов на прессах CitoPress-1/-10/-20. Эти режимы являются оптимальными при соблюдении следующих указаний:

- Время нагрева отсчитывается с момента запуска процесса (с начальной температурой запрессовочного цилиндра 50 °С), а не с момента достижения заданной температуры.
- Объем образца должен составлять примерно 20% от объема смолы. Если образец больше, то должно использоваться меньшее количество смолы.
- Если запрессовываются маленькие образцы или образцы с низкой теплопроводностью, то время нагрева и время охлаждения должно быть увеличено. Также может потребоваться увеличение давления для предотвращения образования пор в затвердевшей смоле.
- Указанное в таблицах количество смолы соответствует высоте затвердевшей смолы приблизительно в 2 см.
- Если при запрессовке смешиваются несколько смол, то параметры процесса выбираются по смоле с наибольшим временем процесса.

Таблица 5
Рекомендуемые режимы горячей запрессовки

Диаметр цилиндра	Смола		Нагрев			Охлаждение	
	Тип	Кол-во	Время мин	Темп-ра °С	Давление bar	Время мин	Скорость
		мл					
25 мм	ClaroFast	15	3	180	350	6	Низкая
	ConduFast	15	2	180	250	1	Высокая
	DuroFast	15	3	180	250	2	Высокая
	IsoFast	20	3	180	250	2	Высокая
	MiltiFast	20	3	180	250	2	Высокая
	PolyFast	15	2,5	180	250	1,5	Высокая
	LevoFast	20	3	180	250	1,5	Высокая
	Pre-mount	1 шт	3	180	250	2	Высокая

Таблица 5
(продолжение)

Диаметр цилиндра	Смола		Нагрев			Охлаждение	
	Тип	Кол-во	Время	Темп-ра	Давление	Время	Скорость
		мл					
30 мм	ClaroFast	20	3	180	350	6	Низкая
	ConduFast	20	2,5	180	250	1	Высокая
	DuroFast	20	3	180	250	2	Высокая
	IsoFast	25	3,5	180	250	2	Высокая
	MiltiFast	25	3	180	250	2	Высокая
	PolyFast	20	3	180	250	1,5	Высокая
	LevoFast	25	3,5	180	250	1,5	Высокая
	Pre-mount	1 шт.	3	180	250	2	Высокая
Диаметр цилиндра	Смола		Нагрев			Охлаждение	
	Тип	Кол-во	Время	Темп-ра	Давление	Время	Скорость
		мл					
40 мм	ClaroFast	35	4	180	350	6,5	Низкая
	ConduFast	40	3,5	180	250	1,5	Высокая
	DuroFast	40	4	180	250	2,5	Высокая
	IsoFast	45	4	180	250	2,5	Высокая
	MiltiFast	45	4,5	180	250	3	Высокая
	PolyFast	35	4	180	250	2	Высокая
	LevoFast	45	4,5	180	250	2	Высокая
	Pre-mount	1 шт.	4,5	180	250	3	Высокая
Диаметр цилиндра	Смола		Нагрев			Охлаждение	
	Тип	Кол-во	Время	Темп-ра	Давление	Время	Скорость
		мл					
50 мм	ClaroFast	55	4,5	180	250	8	Низкая
	ConduFast	65	4	180	250	2	Высокая
	DuroFast	70	5,5	180	250	3	Высокая
	IsoFast	75	4,5	180	250	3	Высокая
	MiltiFast	70	5,5	180	250	4	Высокая
	PolyFast	55	5	180	250	2	Высокая

Таблица 6

Высота 1 ложки (10 мл) смолы после полимеризации без учета объема образца

Диаметр цилиндра	25 мм		30 мм		1 1/4"		1 1/2"		40 мм		50 мм	
	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм
ConduFast	8,9	0,4	6,0	0,2	5,5	0,2	3,9	0,2	3,5	0,1	2,2	0,1
ClaroFast	12,2	0,5	8,2	0,3	7,6	0,3	5,3	0,2	4,8	0,2	3,1	0,1
PolyFast	11,2	0,4	7,5	0,3	6,9	0,3	4,8	0,2	4,4	0,2	2,8	0,1
IsoFast	10,5	0,4	7,1	0,3	6,5	0,3	4,5	0,2	4,1	0,2	2,6	0,1
DuroFast	9,4	0,4	6,3	0,2	5,8	0,2	4,1	0,2	3,7	0,1	2,3	0,1
MultiFast Green	7,7	0,3	5,1	0,2	4,7	0,2	3,3	0,1	3,0	0,1	1,9	0,1
MultiFast Black	8,9	0,3	5,9	0,2	5,5	0,2	3,8	0,2	3,5	0,1	2,2	0,1
MultiFast Brown	7,9	0,3	5,3	0,2	4,9	0,2	3,4	0,1	3,1	0,1	2,0	0,1
Pre-Mount 25*	9,3	0,4	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Pre-Mount 30*	–	–	9,3	0,4	8,3	0,3	–	–	–	–	–	–
Pre-Mount 11/2"*	–	–	–	–	–	–	8,7	0,3	7,9	0,3	5,1	0,2

* высота одной таблетки

Примечание: Значения могут отличаться от приведенных ниже значений приблизительно на 20% в связи с возможным изменением размера гранул при транспортировке.

Таблица 7

Высота 1 ложки (20 мл) смолы после полимеризации без учета объема образца

Диаметр цилиндра	25 мм		30 мм		1 1/4"		1 1/2"		40 мм		50 мм	
	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм	мм	дюйм
ConduFast	17,9	0,71	12,0	0,47	11,1	0,44	7,7	0,31	6,9	0,28	4,4	0,17
ClaroFast	24,4	0,96	16,4	0,65	15,2	0,60	10,5	0,41	9,6	0,37	6,1	0,24
PolyFast	22,4	0,88	15,1	0,59	13,9	0,55	9,6	0,37	8,8	0,35	5,6	0,23
IsoFast	20,9	0,83	14,1	0,56	12,9	0,51	9,1	0,36	8,1	0,32	5,2	0,20
DuroFast	18,8	0,73	12,7	0,49	11,6	0,45	8,1	0,32	7,3	0,29	4,7	0,19
MultiFast Green	15,3	0,60	10,3	0,40	9,5	0,37	6,5	0,25	6,0	0,24	3,9	0,15
MultiFast Black	17,7	0,69	11,9	0,47	10,9	0,43	7,6	0,31	6,9	0,27	4,4	0,17
MultiFast Brown	15,7	0,61	10,5	0,41	9,7	0,39	6,8	0,27	6,1	0,24	4,0	0,16
Pre-Mount 25*	18,7	0,73	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Pre-Mount 30*	–	–	18,5	0,73	16,5	0,65	–	–	–	–	–	–
Pre-Mount 11/2"*	–	–	–	–	–	–	17,5	0,69	15,9	0,63	10,1	0,40

* высота одной таблетки

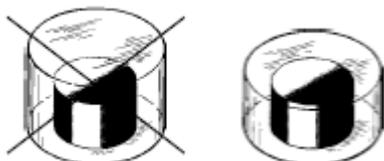
Примечание: Значения могут отличаться от приведенных ниже значений приблизительно на 20% в связи с возможным изменением размера гранул при транспортировке.

4.1.3 ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА И ВОЗМОЖНЫЕ ДЕФЕКТЫ ГОРЯЧЕЙ ЗАПРЕССОВКИ

При серийной запрессовке большого количества образцов рекомендуется оптимизировать время нагрева и охлаждения. Одним из факторов, ограничивающих уменьшение времени нагрева и охлаждения, является низкая теплопроводность смолы, т.е. при малом времени нагрева смола не успевает полностью прогреться и затвердеть. Самым эффективным способом сокращения времени процесса является уменьшение объема смолы за счет увеличения объема образца.

При запрессовке металлических (с высокой теплопроводностью) образцов время нагрева и охлаждения может быть уменьшено несколькими способами:

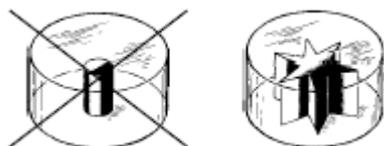
Оптимизация объема смолы



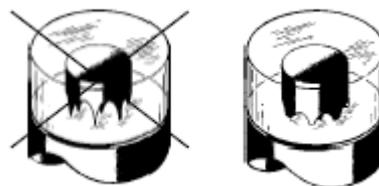
Более высокие образцы



Образцы с бóльшей площадью поверхности



Хороший контакт между образцом и плунжером



Также для оптимизации процесса может быть полезна приведенная ниже информация.

Для электролитического травления и полирования можно использовать смесь смол ConduFast и ClaroFast. Смола ClaroFast не является электропроводной, но может быть использована вместе с ConduFast. Сначала добавьте небольшое количество ClaroFast, а затем требуемое количество ConduFast, которая содержит электропроводные частицы. Таким образом, мы получили электропроводящий участок и изолированную поверхность.

При использовании более дорогих смол IsoFast, PolyFast и DuroFast можно сократить стоимость образца, используя дополнительно смолу MultiFast. При запрессовке мы сначала добавляем небольшое количество необходимой, например, для хорошего удержания края, смолы DuroFast, а затем – необходимое количество более дешевой смолы MultiFast.

Использование смолы Pre-Mount является наилучшим вариантом для серийной запрессовки большого количества образцов. Из-за компактной формы таблетка смолы PreMount оказывает существенное давление на образец в начале процесса. Однако это ограничивает ее применение для образцов, чувствительных к высокому давлению.

Порошок AntiStick должен быть всегда нанесен на поверхности плунжеров прессы для предотвращения прилипания к ним смолы в процессе запрессовки.

Расстояние между образцом и стенками цилиндра должно быть не менее 3 мм, для того чтобы избежать образования трещин в смоле. Это расстояние является критичным для образцов квадратной (угловатой) формы.

При запрессовке маленьких или тонких образцов можно использовать специальные клипсы.

Для достижения наилучших результатов перед запрессовкой образец должен быть тщательно промыт и высушен. При необходимости можно использовать спирт или другие чистящие средства.

Для пористых и/или чувствительных к давлению образцов, таких как минералы, печатные платы и т.д., полезно предварительно размягчить смолу путем подогрева, перед тем как прикладывать давление. Подогрев также полезно применять при работе с термопластичными смолами, например, ClaroFast. На прессах CitoPress-10/-20 подогрев может быть выполнен автоматически путем выбора опции «Sensitive».

В случае запрессовки чувствительных к давлению образцов следует использовать термопластичные смолы, такие как ClaroFast. Наилучших результатов можно также достичь при использовании подогрева смолы перед приложением основного усилия. Для очень чувствительных к давлению образцов рекомендуется использовать холодную заливку.

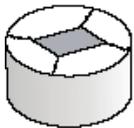
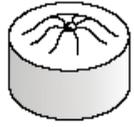
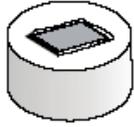
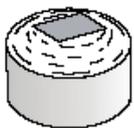
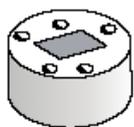
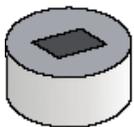
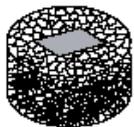
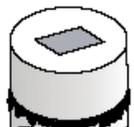
При запрессовке пористых образцов рекомендуется использовать термопластичные смолы, например, ClaroFast. Эти смолы хорошо проникают в поры образца. Наилучших результатов можно также достичь при использовании подогрева смолы перед приложением основного усилия. Для образцов с очень высокой пористостью рекомендуется использовать холодную заливку.

При запрессовке образцов, чувствительных к нагреву, температуру процесса можно понизить до 150 °С для всех смол. Однако при этом время нагрева должно быть увеличено. Для очень чувствительных к нагреву образцов рекомендуется использовать холодную заливку.

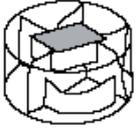
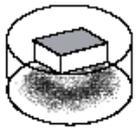
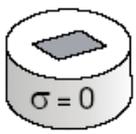
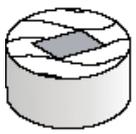
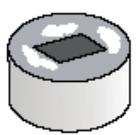
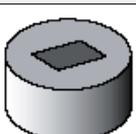
В приведенной ниже таблице 8 представлены возможные дефекты при горячей запрессовке образцов и способы их устранения.

Таблица 8

Возможные дефекты при горячей запрессовке образцов и способы их устранения.

Общие дефекты			
Дефект		Причина	Решение
	Радиальные трещины.	Недостаточное расстояние между образцом (грань/угол) и стенкой цилиндра.	Увеличить диаметр цилиндра или уменьшить размер образца. Расстояние от края образца до стенки цилиндра должно быть не менее 3 мм.
	Вспучивание.	Недостаточное время нагрева. Перевулканизация поверхности. Наличие газа в образце.	Увеличить время нагрева или увеличить температуру процесса. Уменьшить температуру процесса. Подогрев смолы.
	Усадка.	Некорректный выбор смолы.	Используйте смолу с меньшей линейной усадкой.
	Выпуклость.	Недостаточное охлаждение.	Увеличить время охлаждения.
	Пористость.	Чрезвычайно высокая температура.	Уменьшить температуру процесса.
	Тусклая поверхность образца.	Недостаточное время нагрева.	Увеличить время нагрева.
	Пустоты в больших образцах.	Недостаточное время нагрева. Чрезвычайно высокая температура процесса. Недостаточное давление/усилие.	Увеличить время нагрева. Уменьшить температуру процесса. Увеличить давление/усилие.
	Зернистая структура образца.	Полимеризация смолы проходила без достаточного давления/усилия.	Увеличить давление/усилие в процессе нагрева образца.
	Прилипание образца к поршню пресса.	Недостаточное количество AntiStick на поверхности поршня пресса. Недостаточное время нагрева. Чрезвычайно высокое давление/усилие.	Нанесите AntiStick на поверхность поршня пресса. Увеличьте время нагрева. Сократите давление/усилие.

**Таблица 8
(продолжение)**

Дефекты ClaroFast			
Дефект		Причина	Решение
	Внутренние трещины.	Чрезвычайно высокая скорость охлаждения.	Сократить скорость охлаждения.
	Ватные шарики.	Чрезвычайно высокая скорость охлаждения. Недостаточное время нагрева. Влажная смола.	Сократить скорость охлаждения. Уменьшить высоту образца (количество смолы), понизить температуру процесса и увеличить время нагрева. Просушить смолу в открытом контейнере при температуре 30-70 °C в течение 2 часов.
Дефекты ConduFast			
Дефект		Причина	Решение
	Нет электропроводности.	Нет контакта с образцом в результате использования слишком большого количества ClaroFast. Недостаточное время нагрева.	Повторите запрессовку нового образца с меньшим количеством ClaroFast. Повторите процесс, увеличив время нагрева.
	Перемещение металлических частиц в процессе электролитического травления/полирования.	Недостаточное количество ClaroFast. Чрезвычайно высокое время шлифования.	Повторите запрессовку нового образца с большим количеством ClaroFast. Запрессуйте новый образец.
Дефекты PolyFast, MultiFast и Pre-Mounts			
Дефект		Причина	Решение
	Часть смолы стала светлее или вообще обесцветилась от контакта со спиртом.	Недостаточное время нагрева.	Увеличьте время нагрева и/или температуру.
Дефекты LevoFast			
Дефект		Причина	Решение
	Смола потемнела.	Недостаточное время нагрева.	Увеличьте время нагрева и/или температуру.

4.2 ХОЛОДНАЯ ЗАЛИВКА

Холодная заливка применяется для образцов, чувствительных к нагреву и давлению. Более того, для холодной заливки не требуются затраты на запрессовочный пресс, и поэтому этот метод оптимален для выполнения единичных задач.

Образец помещается в форму. Необходимое количество двух или трех компонентов смолы отмеряются (по весу или объему), затем эти компоненты смешиваются и заливаются в формочку с образцом. Смола затвердевает и залитый образец извлекается из формы.

Заливка пористых материалов, таких как керамика или минералы, может осуществляться в вакууме (вакуумная импрегнация). После такой заливки все поры в образце будут заполнены смолой, что обеспечит укрепление хрупких материалов перед обработкой. При этом вероятность появления таких дефектов подготовки, как выбоины, трещины или ложная пористость, будет минимальной.

Для вакуумной импрегнации могут использоваться только эпоксидные смолы, так как они имеют низкую вязкость и практически не испаряются. Для легкого выявления пор в флуоресцентном свете в эпоксидную смолу можно добавлять специальный флуоресцентный краситель Erodye.

CitoVac

Для импрегнации используется система вакуумной импрегнации CitoVac. Прибор прост в использовании и имеет большую вакуумную камеру, что позволяет заливать в смолу крупногабаритные образцы или большое количество образцов.



Рис. 4.3
CitoVac

4.2.1 СМОЛЫ ДЛЯ ХОЛОДНОЙ ЗАЛИВКИ

Существуют три основных типа смол:

Эпоксидная смола (Epoxy)

Эти смолы имеют самую низкую усадку из всех смол для холодной заливки. Время затвердевания относительно велико, но удержание образцов в смоле превосходно. Эти смолы используются для вакуумной импрегнации. Эпоксидные смолы полимеризуются в результате химической реакции, возникающей при смешивании компонентов.

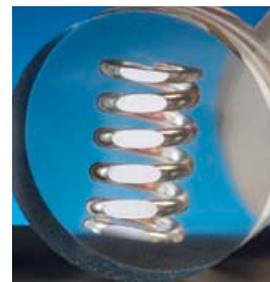


Рис. 4.4
Эпоксидная смола

Акриловая смола (Acrylic)

Акриловые смолы имеют короткое время затвердевания и незначительную усадку, а также просты в использовании. Они включают в себя сами полимеризующиеся компоненты, твердеющие при добавлении катализатора. Затвердевший акрил термопластичен и химически устойчив.



Рис. 4.5
Акриловая смола

Полиэстровая смола (Polyester)

Полиэстровые смолы основаны на системе катализаторов, как и акриловые смолы. Они имеют относительно короткое время затвердевания.

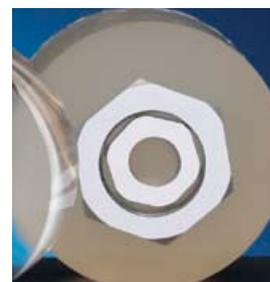


Рис. 4.6
Полиэстровая смола

В таблицах 9 и 10 на стр. 32 и 33 соответственно приведены назначение и основные свойства всех типов смол для холодной заливки.

Таблица 9
Назначение смол для холодной заливки

Время затвердевания	Усадка	Смола	Назначение и особые свойства	
10-20 мин	Очень низкая	TrioFix-2	Содержит минеральный наполнитель. Высокая адгезия. Хорошее удержание края образцов с покрытиями.	
		DuroCit	Содержит алюмосиликатный наполнитель для хорошей обрабатываемости. Хорошее удержание края образцов с покрытиями и плоскостность.	
	Низкая	VersoCit	Повседневная заливка образцов низкой и средней твердости.	
		ClaroCit	Универсальная абсолютно прозрачная смола.	
		ViaFix	Прозрачная смола. Идеально подходит для заполнения микропор и закрытых пор. Растворяется в спирте.	
	1-4 ч	Очень низкая	SpeciFix-40	Эпоксидная смола с временем затвердевания 3,5 часа в печи DryBox. Используется для вакуумной импрегнации пористых образцов и образцов с плазменным напылением. Очень высокая адгезия.
> 4 ч	Очень низкая	SpeciFix-20	Эпоксидная смола с временем затвердевания 8 часов. Используется для вакуумной импрегнации пористых образцов и образцов с плазменным напылением. Очень высокая адгезия.	
		EpoFix	Эпоксидная смола с очень низкой вязкостью и временем затвердевания 12 часов. Идеально подходит для вакуумной импрегнации пористых образцов и образцов с плазменным напылением. Очень высокое заполнение пор и трещин. Очень высокая адгезия.	
		CaldoFix-2	Эпоксидная смола для холодной заливки. Незначительная усадка. Применима для вакуумной импрегнации. Прозрачная.	

Таблица 10
Свойства смол для холодной заливки

Смола	Тип	Компоненты	Соотношение компонентов Порошок/ Жидкость (объем)	Время до начала затвердевания ¹	Время затвердевания	Макс. температура при затвердева- нии	Твердость по Шору D	Цвет	Окрашивание
TriFix-2	Акриловая/ Полиэстровая	1 порошок 2 жидкости	3 ч / 2 ч / 1 ч	3 мин 5 мин ²	12 мин 20 мин ²	115 °С	82	Белый	-
DuroCit	Акриловая	1 порошок 1 жидкость	1 ч / 2 ч	4 мин	20 мин	80 °С	92	Светло зеленый	АcryDue
VersoCit	Акриловая	1 порошок 1 жидкость	1 ч / 2 ч	2 мин	10 мин	110 °С	82	Прозрачно- желтый	АcryDue
ClaroCit	Акриловая	1 порошок 1 жидкость	5 ч / 2 ч	1,5 мин	20 мин	90 °С	85	Прозрачный	АcryDue EpoDue
ViaFix	Акриловая	1 порошок 1 жидкость	1 ч / 2 ч	2 мин	20 мин	115 °С	83	Прозрачный	АcryDue EpoDue
DuroFix-2	Акриловая	1 порошок 1 жидкость	1 ч / 2 ч	3 мин	10 мин	90 °С	82	Желтый	-
SelfFix	Полиэстровая	1 смола 1 отвердитель	50 ч / 1 ч	10 мин	45 мин	110 °С	85	Прозрачно- желтый	-
SpeciFix-20	Эпоксидная	1 смола 1 отвердитель	26 ч / 5 ч	60 мин	8 ч	60 °С	84	Прозрачный (N=1,573)	EpoDue
SpeciFix-40	Эпоксидная	1 смола 1 отвердитель	21 ч / 10 ч	>60 мин	3,5 ч при 50 °С	100 °С	82	Прозрачный (N=1,573)	EpoDue
EpoFix	Эпоксидная	1 смола 1 отвердитель	15 ч / 2 ч	30 мин	12 ч	40 °С	78	Прозрачный (N=1,571)	EpoDue
Caldofix-2	Эпоксидная	1 смола 1 отвердитель	25 ч / 7 ч	>60 мин	1,5 ч при 75 °С	170 °С	85	Прозрачная	EpoDue

1) Время указано для 30 мм формочки без образца при температуре окружающей среды 21 °С.

2) Время указано для 30 мм формочки без образца с предварительно смешанными и охлажденными жидкостями при температуре окружающей среды 21 °С.

4.2.2 ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ХОЛОДНОЙ ЗАЛИВКИ И ВОЗМОЖНЫЕ ДЕФЕКТЫ

ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ

Эпоксидные смолы Struers включают в себя два компонента: смолу и отвердитель. Оба компонента должны храниться при комнатной температуре 20-25 °С. Обязательно закрывайте емкости со смолой и отвердителем после использования!

Эпоксидные смолы подходят для заливки всех типов материалов и рекомендуются для вакуумной импрегнации. Смолы обладают такими свойствами, как низкая усадка, прозрачность, хорошая адгезия и низкая вязкость.

Предварительная обработка образцов

Перед заливкой убедитесь, что Ваши образцы тщательно очищены. Все поверхности должны быть очищены от влаги, масел и грязи. Это обеспечит наилучшую адгезию между образцом и смолой.

Выбор форм для холодной заливки

С эпоксидными смолами могут быть использованы формы FixiForm и UnoForm. Одним из ключевых моментов при холодной заливке является соблюдение соотношения объема смолы с размерами формочки для заливки. По возможности, выбирайте заливочную формочку такого размера, чтобы расстояние от края образца до стенки формочки было примерно 5 мм (см. рис. 4.7).

Так, при заливке маленького образца в формочку диаметром 40 мм в результате химической реакции процесс затвердевания смолы будет проходить при повышенной температуре. Это может повредить образец и в любом случае даст очень большую усадку.

Если это невозможно, то образцы со смолой следует поместить в:

- поток теплого воздуха (в Drybox)
- охлаждаемую водную «ванну»
- холодильную камеру

или проводить так называемую «послойную» заливку. Заливать образец в несколько этапов – залить небольшое количество смолы, подождать, пока первая часть смолы затвердеет, затем залить следующий слой и т.д.

Образцы со смолой Specifix-40 должны затвердевать при температуре не ниже 10 °С или заливаться «послойно».



Рис. 4.7
Оптимальный размер формы

Соотношение компонентов

Стехиометрическое соотношение «смола/отвердитель» очень важно. Для получения оптимального результата необходимо смешивать оба этих компонента в строгих пропорциях (по весу или по объему). При смешивании смолы и отвердителя очень удобно использовать обычный шприц. При заливке необходимо использовать не менее 15 грамм смолы и отвердителя – примерно столько смолы и отвердителя требуется для заливки образца в формочку диаметром 30 мм.

Смешивание компонентов

- отмерьте необходимое количество смолы в ёмкость;
- отмерьте соответствующее количество отвердителя;
- тщательно, не создавая при этом большого количества пузырьков, перемешивайте смолу и отвердитель в течение 3 минут;
- после перемешивания подождите 2 минуты, чтобы излишнее количество воздуха вышло из смеси;
- поместите образец в центре заливочной формочки и аккуратно налейте смесь смолы и отвердителя в формочку с образцом.

Смешанные смолы EpoFix и Specifix-20 должны быть использованы сразу после 3 + 2 минут, как описано выше.

Затвердевание

Время затвердевания эпоксидных смол напрямую зависит от количества смолы в смеси. С меньшим количеством смолы процесс затвердевания происходит быстрее, так как благоприятствует большему выделению тепла в результате химической реакции. Тем не менее, большее количество смолы ускоряет процесс затвердевания путем сохранения тепла за счет меньшей теплопроводности системы. При определенных условиях температура может повышаться до 150-200°C. Для устранения этой проблемы и большей воспроизводимости результатов для контроля температуры процесса затвердевания следует использовать Drybox.

Смолы EpoFix и Specifix-20 затвердевают при комнатной температуре в течение 8-12 часов. Время затвердевания может быть уменьшено путем увеличения размера заливочной формы и наоборот. Комнатная температура должна быть не ниже 20°C, иначе это повлечет увеличение времени затвердевания. Если смола недостаточно затвердела и образец мягче, чем обычно, то для полного затвердевания его можно поместить в Drybox на 2 часа при температуре 40-50 °C. Повышение комнатной температуры более чем 25°C, особенно для Specifix-20, может вести к резкому повышению температуры в процессе затвердевания и закипанию смолы.

Примечание: чтобы избежать «липкой» поверхности смолы, следует накрывать формочку в процессе затвердевания.

Смола Specifix-40 затвердевает при повышенных температурах. Время затвердевания и температура процесса в зависимости от диаметра формочки для заливки представлены в таблице 11.

Таблица 11
Режимы заливки смолы Specifix-40

Диаметр	Время	Температура
25 мм	3,5 ч	60 °C
30 мм	3,5 ч	50 °C
40 мм	3,5 ч	40 °C

Затвердевание в температурных камерах (DryBox)

С целью ускорения процесса затвердевания образцов, залитых в смолу, может проводиться в температурных камерах. Для того чтобы затвердевание проходило равномерно, необходимо установить оптимальную температуру и обеспечить равномерное ее распределение по всему объему камеры. При одновременном затвердевании большого количества образцов в камере может происходить чрезмерное повышение температуры, что вызывает более быстрое затвердевание образцов, вызывая чрезмерную усадку смолы. Для устранения этого эффекта рабочая температура камеры должна быть уменьшена.

Температурная камера Drybox обеспечивает равномерное распределение температуры вокруг всех образцов, находящихся в камере. Это обеспечивается за счет того, что в начале процесса затвердевания Drybox обеспечивает равномерный поток теплого воздуха, тем самым поддерживая установленную рабочую температуру, а затем выводит из рабочей камеры избыточное тепло, образовавшееся за счет экзотермической реакции в процессе затвердевания смолы.

После затвердевания образцов в Drybox или температурных камерах, перед извлечением из формочек, их необходимо охладить до комнатной температуры (примерно в течение 10 мин). Если этого не сделать, они будут иметь «резиновую» поверхность.

Вакуумная импрегнация:

- расположите образец в центре заливочной формочки и поместите в вакуумную камеру;
- в течение 5-10 минут создайте рабочее (минимально возможное) давление в рабочей камере;
- откройте клапан для подачи смолы и наполните заливочную формочку (формочки);
- в течение 2-3 минут дайте смоле пропитать образец;
- медленно откройте клапан для создания в рабочей камере атмосферного давления;
- выньте заполненные смолой формочки из рабочей камеры для дальнейшего затвердевания.

Окрашивание

Окрашивание эпоксидных смол осуществляется с помощью EpoDye. Это флуоресцентный краситель, который может быть использован при исследовании залитых образцов в флуоресцентном свете для индикации пор в образцах. EpoDye может быть добавлен непосредственно в емкость со смолой (в отношении 5 грамм красителя на 1 литр смолы) перед смешиванием ее с отвердителем.

Наиболее легкий способ смешивания красителя со смолой:

- налейте примерно 50 мл смолы в специальную чашку;
- нагрейте смолу до температуры примерно 30-35°C (в теплой воде);
- добавьте краситель и тщательно перемешайте смолу в течение 3 мин;
- перелейте раствор в общую емкость со смолой и встряхните смесь до равномерного распределения красителя по всему объему.

В таблице 12 приведен перечень возможных дефектов при работе с EpoFix, SpeciFix-20 и SpeciFix-40, причины их возникновения и способы устранения.

Таблица 12

Возможные проблемы при работе с эпоксидными смолами и пути их решения

Устранение дефектов EpoFix и Specifix-20	
Пузырьки воздуха вдоль образца	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Поместите образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Недостаточное обезжиривание образца.	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
Слишком интенсивное смешивание компонентов смолы.	Смешайте смолу и отвердитель без внесения воздуха в раствор.
Плохое смачивание образца из-за его высокого поверхностного натяжения.	Если возможно, то подвигайте образец после заливки.
Изменение цвета	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Поместите образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Большое количество смолы по сравнению с размером образца.	Используйте оптимальный размер заливочных форм либо устанавливайте образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
«Масляная» поверхность	
Причина	Решение
Слишком низкая температура в процессе затвердевания.	Поместите образцы для окончательного затвердевания в Drybox с температурой 30-50°C.
Слишком короткое время затвердевания.	Поместите образцы для окончательного затвердевания в Drybox с температурой 30-50°C.
Слишком большое количество отвердителя.	Смешайте смолу и отвердитель в правильном соотношении.
Высокая усадка	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Поместите образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Недостаточное обезжиривание образца.	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
Недостаточное перемешивание смолы и отвердителя перед заливкой.	Перемешивайте компоненты в течение 2-3 минут.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм либо устанавливайте образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Слишком большое количество заливки или слишком продолжительное время после перемешивания компонентов заливки.	Смешивайте меньшее количество смолы и отвердителя и залейте образец сразу же после перемешивания компонентов смолы.

Таблица 12
(продолжение)

«Втягивание» образца	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Поместите образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм либо устанавливайте образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Многочисленные пузырьки воздуха	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Поместите образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Слишком интенсивное перемешивание смолы и отвердителя.	Смешайте смолу и отвердитель без внесения воздуха в раствор.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм либо устанавливайте образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Слишком большое количество заливки или слишком продолжительное время после перемешивания компонентов заливки.	Смешивайте меньшее количество смолы и отвердителя и залейте образец сразу же после перемешивания компонентов смолы.
Отсутствие адгезии между смолой и образцом	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Поместите образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Недостаточное обезжиривание образца.	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм или устанавливайте образец в Drybox или другое место, где имеется хорошая циркуляция воздуха.
Слишком большое количество отвердителя.	Смешайте смолу и отвердитель в правильном соотношении.
«Резиновая» поверхность	
Причина	Решение
Слишком низкая температура затвердевания.	Поместите образцы для окончательного затвердевания в Drybox с температурой 30-50°C.
Слишком короткое время затвердевания.	Поместите образцы для окончательного затвердевания в Drybox с температурой 30-50°C.

Таблица 12
(продолжение)

Устранение дефектов Specifix-40	
Пузырьки воздуха вдоль образца	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Уменьшите температуру затвердевания.
Недостаточное обезжиривание образца.	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
«Масляная» поверхность	
Причина	Решение
Слишком низкая температура в процессе затвердевания.	Поместите образец в камеру затвердевания с температурой 30-50°C.
Слишком короткое время затвердевания.	Поместите образец в камеру затвердевания с температурой 30-50°C.
Слишком большое количество отвердителя.	Смешайте смолу и отвердитель в оптимальном соотношении.
Высокая усадка	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Уменьшите температуру затвердевания.
Недостаточное обезжиривание образца.	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
Недостаточное перемешивание смолы и отвердителя перед заливкой.	Перемешивайте компоненты в течение 2-3 минут.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм или более низкую температуру затвердевания.
«Втягивание» образца	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Уменьшите температуру затвердевания.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм или более низкую температуру затвердевания.

Таблица 12
(окончание)

Многочисленные пузырьки воздуха	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Уменьшите температуру затвердевания.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм или более низкую температуру затвердевания.
Отсутствие адгезии между смолой и образцом	
Причина	Решение
Слишком высокая температура в процессе затвердевания.	Уменьшите температуру затвердевания.
Недостаточное обезжиривание образца.	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
Слишком много смолы для образца такого размера.	Используйте оптимальный размер заливочных форм или более низкую температуру затвердевания.
Слишком много отвердителя.	Смешайте смолу и отвердитель в оптимальном соотношении.
«Резиновая» поверхность	
Причина	Решение
Слишком низкая температура затвердевания.	Поместите образец в камеру затвердевания с температурой 30-50°C.
Слишком короткое время затвердевания.	Поместите образец в камеру затвердевания с температурой 30-50°C.

АКРИЛОВЫЕ СМОЛЫ

Struers предлагает несколько различных типов акриловых смол с различными свойствами: DuroCit, VersoCit, ClaroCit, ViaFix без специальных наполнителей. Все смолы двухкомпонентные (порошок и жидкость).

Акриловые порошки поглощают влагу и должны храниться в сухом и темном месте при пониженных температурах (<20 °C). Жидкости тоже чувствительны к температуре и должны также храниться в сухом и темном месте при пониженных температурах (<20 °C).

Температуры ниже 0 °C не могут испортить компоненты, но наиболее оптимальная температура хранения порошков и жидкостей – около 0 °C.

Предварительная обработка образцов

Перед заливкой убедитесь, что Ваши образцы тщательно очищены. Все поверхности должны быть очищены от влаги, масел и грязи. Это обеспечит наилучшую адгезию образца со смолой.

Выбор форм для холодной заливки

Формы FixiForm и FlexiForm могут использоваться со всеми смолами.

Одним из ключевых моментов при холодной заливке является соблюдение соотношения объема смолы с размерами формочки для заливки. По возможности, выбирайте заливочную формочку такого размера, чтобы расстояние от края образца до стенки формочки было примерно 5 мм (см. рис. 4.8). Так, заливка маленького образца в формочку диаметром 40 мм будет в результате химической реакции проходить при повышенной температуре. Это может повредить образец и в любом случае даст очень большую усадку.

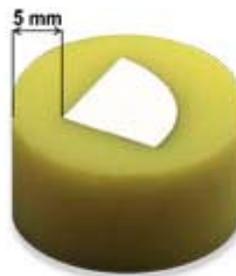


Рис. 4.8
Оптимальный размер формы

Если это невозможно, то образцы со смолой следует поместить в:

- поток теплого воздуха (в Drybox)
- охлаждаемую водную «ванну»
- холодильную камеру

или проводить так называемую «послойную» заливку. Заливать образец в несколько этапов: залить небольшое количество смолы и подождать, пока первая часть смолы затвердеет, затем залить следующий слой и т.д.

Соотношение компонентов

Чтобы достичь высокой воспроизводимости результатов при холодной заливке, компоненты смол должны смешиваться в строгих пропорциях. Оптимальным является смешивание компонентов по весу, но если это невозможно, то, смешивая компоненты по объему, необходимо использовать мерные ложки. Акриловые смолы не очень чувствительны к строгому соблюдению пропорций компонентов, и для получения более жидкого раствора при заливке можно добавлять немного больше жидкости.

Минимальный объем смеси (порошок и жидкость) должен быть 25 г (30 мл), такого количества хватает для заливки образцов в две формочки диаметром 30 мм.

Смешивание компонентов:

- поместите образец в центр формы для заливки;
- отмерьте корректное количество жидкости и налейте ее в чашку для смешивания. Если Вы используете смолу с двумя жидкостями, то сначала смешайте эти жидкости в чашке;
- добавьте в чашку соответствующее количество порошка;
- тщательно перемешайте смесь в течение 30 секунд без внесения в раствор излишнего количества воздуха;
- после перемешивания подождите 15 секунд, для того чтобы воздух мог выйти из раствора;
- заполните смолой форму с образцом.

Затвердевание

Акриловые смолы затвердевают при комнатной температуре в течение 10–15 минут. Время затвердевания повышается с увеличением размера форм для заливки и наоборот. После извлечения заливочного образца из формы можно сразу проводить его дальнейшую подготовку.

Если две жидкости смолы TrioFix-2 были предварительно смешаны и хранились в таком виде, то время затвердевания будет немного больше.

Чтобы избежать образования липкой поверхности смолы, после затвердевания необходимо накрыть форму со смолой после заливки.

В таблице 13 приведен перечень возможных дефектов при работе с акриловыми смолами, причины их возникновения и способы устранения.

Таблица 13
Возможные проблемы при работе с акриловыми смолами и пути их решения

Пузырьки воздуха вдоль образца	
Причина	Решение
Недостаточное обезжиривание образца.	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
Плохое смачивание образца из-за его высокого поверхностного натяжения.	Если возможно, немного подвигайте образец сразу после заливки смолой.
Слишком активное перемешивание компонентов смолы.	Перемешайте компоненты смолы без излишнего внесения воздуха в раствор.
«Масляная» поверхность	
Причина	Решение
Недостаточное перемешивание порошка и жидкости.	Смешивайте компоненты смолы в течение 30 секунд (минимум).
Слишком большое количество жидкости в растворе.	Смешайте порошок и жидкость в правильных пропорциях.
Многочисленные пузырьки воздуха	
Причина	Решение
Слишком активное перемешивание компонентов смолы.	Перемешайте компоненты смолы без излишнего внесения воздуха в раствор.
Отсутствие адгезии между смолой и образцом	
Причина	Решение
Недостаточное обезжиривание образца	Промойте и обезжирьте образец перед заливкой.
«Резиновая» поверхность	
Причина	Решение
Слишком большое количество жидкости в растворе.	Смешайте порошок и жидкость в правильных пропорциях.

Struers предлагает одну полиэфировую смолу SeriFix. Это двухкомпонентная система, состоящая из смолы и отвердителя. Смолу следует хранить в прохладном (<20°C) и темном месте.

Предварительная обработка образцов

Перед заливкой убедитесь, что все поверхности образцов тщательно очищены от влаги, масел и грязи. Это обеспечит наилучшую адгезию образца со смолой.

Выбор форм для заливки

Со смолой SeriFix можно использовать FixiForm, UnoForm, SeriForm и FlexiForm.

Соотношение компонентов

Полиэфировые смолы не чувствительны к строгому соотношению компонентов (смола/отвердитель), и, в зависимости от размера образцов и объема заливки, соотношение «смола/отвердитель» может быть изменено в следующих пропорциях:

1. Если соотношение размера образца к объему формы для заливки больше, чем 2/3, то количество отвердителя может быть увеличено до 50%.
2. Если соотношение размера образца к объему формы для заливки меньше, чем 1/10, или образец обладает низкой теплопроводностью, то количество отвердителя может быть уменьшено до 30%.

Минимальный объем смеси (порошок и жидкость) должен быть 25 г (30 мл), такого количества хватает для заливки образцов в две формочки диаметром 30 мм.

Смешивание компонентов:

- поместите образец в центр формы для заливки;
- отмерьте корректное количество жидкости и налейте ее в чашку для смешивания;
- добавьте в чашку соответствующее количество порошка;
- тщательно перемешайте смесь в течение 30 секунд без внесения в раствор излишнего количества воздуха;
- после перемешивания подождите 15 секунд для того, чтобы воздух мог выйти из раствора;
- заполните смолой форму с образцов.

Затвердевание

Полиэфировые смолы затвердевают при комнатной температуре в течение 45 минут. Время затвердевания повышается с увеличением размера форм для заливки и наоборот. После извлечения залитого образца из формы можно сразу проводить его дальнейшую подготовку.



5. ШЛИФОВАНИЕ И ПОЛИРОВАНИЕ ОБРАЗЦОВ

Механическая подготовка является наиболее распространенным способом подготовки металлографических образцов для исследований под микроскопом. Мельчайшие абразивные частицы используются для удаления материала с поверхности, пока не будет достигнут требуемый результат. Как описывается в разделе «Принципы подготовки Struers», образцы можно готовить с целью достижения наилучшего качества и истинной структуры, или же подготовка может быть остановлена, когда степень обработки поверхности уже достаточна для дальнейших специальных исследований.

5.1 ВЫБОР ШЛИФОВАЛЬНО-ПОЛИРОВАЛЬНОГО СТАНКА

Компания Struers предлагает широкий спектр машин, расходных материалов и технологий для металлографической подготовки и анализа – от ручных систем для подготовки единичных образцов до мощных, полностью автоматизированных технических решений для поточного производства с максимальной воспроизводимостью результатов.



Tegramin -20/-25/-30

Автоматическая шлифовально-полировальная система обеспечивает подготовку образцов на новом уровне. Воспроизводимость обеспечивается автоматизацией управления технологическим процессом. Жесткая и прочная конструкция. Наличие защитного кожуха обеспечивает безопасность работы. Сменный лоток для сбора мусора. Поддержание низкой температуры поверхности. Светодиодная подсветка рабочей зоны. Большой цветной экран. Возможность подготовки как единичных образцов, так и в специальных держателях. Мягкий старт и остановка, низкая скорость вращения в процессе предварительной дозировки.

Встроенный датчик уровня снятия слоя материала в диапазоне от 50 до 5000 мкм.

Существует 3 модели с диском диаметром 200, 250 и 300 мм.

Скорость вращения диска 40–600 об/мин.

Скорость вращателя образцов 50–150 об/мин

Наличие базы данных (10 стандартных методов и 200 пользовательских) и автоматического дозирования обеспечивают высокую воспроизводимость результатов и экономное потребление расходных материалов.

Автоматическая дозирующая система:

- Возможность установки до 7 перистальтических помп
- Возможность ручной подготовки с функцией автоматического дозирования и таймером
- Автоматическое определение уровня жидкости
- Функция «втягивания» суспензий и лубрикантов в конце каждого шага
- Функция очистки трубок

StruersLAN

Модуль StruersLAN – это сетевая карта, которая работает на базе всемирного используемого стандарта Ethernet. При использовании модуля LAN Ваш шлифовально-полировальный станок может быть подключен к персональному компьютеру или локальной сети предприятия. Это значит, что шлифовально-полировальный станок будет доступен с любого компьютера сети.

LaboSystem

Шлифовально-полировальные установки для ручной и автоматической подготовки образцов к металлографическим исследованиям. Комбинируются с полуавтоматическими вращателями образцов LaboForce-1/3 и дозирующим устройством LaboDoser.

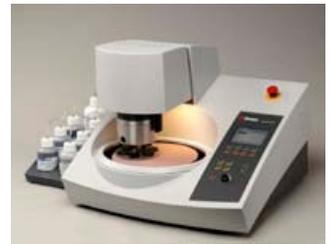


Рис. 5.1
Tegramin



Рис. 5.2
StruersLAN



Рис. 5.3
LaboSystem

LaboPol

Шлифовально-полировальные станки для дисков диаметром 200/250 мм. Выпускаются следующие модели:

- LaboPol-1 – один диск, скорость вращения 250 об/мин
- LaboPol-2 – один диск, скорость вращения 250/500 об/мин
- LaboPol-5 – один диск, скорость вращения 50-500 об/мин
- LaboPol-6 – один диск, скорость вращения 120-1200 об/мин
- LaboPol-21 – два диска, скорость вращения 300 об/мин
- LaboPol-25 – два диска, скорость вращения 50-500 об/мин



Рис. 5.4
LaboPol

LaboForce

Приспособление для полуавтоматической подготовки от 1 до 3 образцов на шлифовально-полировальных станках LaboPol. Комплектуется дозирующим устройством и образцовыми держателями/вращателями LaboForce для 1-3 стандартных образцов диаметром 25, 30, 40 мм.

- LaboForce-3 – скорость вращения 250 об/мин, усилие прижима 5-40 Н
- LaboForce-1 – скорость вращения 8 об/мин, усилие прижима 5-40 Н



Рис. 5.5
LaboForce

LaboDoser

Дозирующая система для LaboPol с LaboForce. LaboDoser имеет встроенный таймер и 4 перистальтические помпы для дозирования алмазных суспензий, лубриканта и суспензий DiaDuo и DiaPro.



Рис. 5.6
LaboDoser

Multidoser

Автоматическая дозирующая система, предназначенная для оптимального и экономного расхода лубрикантов и суспензий, использующихся в процессах шлифования и полирования.



Рис. 5.7
MultiDoser

Оборудование для «горячих камер»

Чтобы удовлетворять растущий спрос на оборудование, специально разработанное для подготовки радиоактивных материалов, компания Struers создала целый ряд прочного и надежного оборудования, на котором можно работать в «горячих камерах». Оборудование работает и управляется точно так же, как и стандартные модели, для которых можно использовать стандартные аксессуары и расходные материалы.

Система основана на стандартном оборудовании компании Struers для высокоточной резки, горячей запрессовки, шлифования и полирования. Оборудование сконструировано так, чтобы обеспечить возможность дистанционного управления процессами пробоподготовки образцов. Обслуживание может производиться в «горячей камере», используя манипуляторы.



Рис. 5.8
TegraSystem
для «горячей камеры»

AbraPlan-20

Мощная и высокопроизводительная шлифовальная машина для выравнивания образцов. Идеально подходит для подготовки большого количества образцов в день. Шлифовальный камень диаметром 356 мм позволяет использовать держатели образцов диаметром до 200 мм, что, в свою очередь, обеспечивает одновременную подготовку 12 и более образцов. Один AbraPlan-20 может работать в линии с 2-3 полировальными машинами или такими системами, как MAPS-2.



Рис. 5.9
AbraPlan-20

AbraPol-20

Автоматический напольный шлифовально-полировальный станок предназначен для высокопроизводительной подготовки большого количества образцов или крупногабаритных образцов. Станки AbraSystem известны во всем мире как высокопроизводительные и надежные установки. Новый AbraPol-20 позволяет дополнительно увеличить скорость подготовки и обеспечивает дополнительную безопасность при работе.

Отличительные особенности:

- регулируемая скорость вращения пробоподготовительного диска и держателя образцов
- диск диаметром 350 мм позволяет максимально повысить производительность станка и подготавливать крупногабаритные образцы
- максимальная безопасность оператора при работе на станке
- рециркуляционная охлаждающая система
- датчик контроля снятия материала
- легкое меню управления станком



Рис. 5.10
AbraPol-20

Hexamatic

Полностью автоматическая система для пробоподготовки, включающая одну станцию для выравнивания и одну для финального шлифования и полирования с 8 заменяемыми дисками. С конвейером для 8 образцовых держателей или плат вращателя для залитых образцов, рециркуляционной охлаждающей системой, дозирующим модулем с 8 перистальтическими помпами, модулем контроля уровня снятия материала и двумя встроенными камерами для очистки образцов.



Рис. 5.11
Hexamatic

MAPS-2

Модульная система автоматической пробоподготовки (Modular Automatic Preparation System – MAPS) от компании Struers – это самая современная специализированная система пробоподготовки. Модульная система для полностью автоматической материалграфической пробоподготовки охватывает весь цикл подготовки образцов, начиная с предварительного шлифования и заканчивая финальной промывкой и сушкой. Система состоит из одного или более блоков пробоподготовки, каждый из которых имеет по две станции шлифования или полирования и одну станцию чистки. Количество блоков зависит от специальных требований пользователя, поэтому система может комплектоваться согласно любым требованиям.

Система MAPS-2 с компьютерным управлением является идеальным решением для автоматической подготовки большого количества образцов. Модульность данной системы позволяет подбирать индивидуальную комплектацию для каждого пользователя. С MAPS-2 Вы сможете выполнять все этапы процесса пробоподготовки – начиная с выравнивания образцов и заканчивая окончательной промывкой и сушкой.

Наивысшее качество образцов достигается контролем всех параметров процесса и оптимальным расходом абразива и лубриканта, что также обеспечивает высокую воспроизводимость результатов.



Рис. 5.12
Модульная система MAPS-2

В таблице 14 приведено сравнение трех основных пробоподготовительных систем.

Таблица 14
Сравнение основных пробоподготовительных систем

Характеристика	LaboSystem	TegraSystem Tegramin	AbraPol
Максимальное количество устанавливаемых образцов диаметром 30 мм	3	6	12
Максимальный диаметр пробоподготовительного диска, мм	250	300	350
Максимальное усилие, Н	120	400	700
Возможность изменения направления вращения диска и держателя образцов	нет	да	да
Возможность подготовки единичных образцов	да	да	нет
Возможность подготовки образцов в держателе	нет	да	да
Возможность сохранения методов подготовки	нет	да	да
Автоматическое снижение усилия в конце подготовки	нет	да	да
Автоматическое задание и приложение усилия	нет	да	да
Автоматическая остановка по истечении заданного времени	нет	да	да
Автоматический выбор соответствующей суспензии для данного шага подготовки	нет	да	да
Автоматический режим оксидного полирования	нет	да	да
База данных с расходными материалами и методами подготовки	нет	да	да
Датчик контроля снятия материала	нет	нет	да
Подключение к компьютерной сети	нет	да	нет

5.2. ПРОЦЕССЫ СНЯТИЯ МАТЕРИАЛА

Основой механической подготовки образцов является удаление материала с исследуемой поверхности с помощью абразивных частиц. В зависимости от уровня вносимых деформаций можно выделить три вида снятия материала с поверхности образца:

1. Притирка
2. Шлифование
3. Полирование

Рассмотрим каждый из этих процессов более подробно.

ПРИТИРКА

В процессе притирки абразивные частицы в виде суспензии подаются на твердую поверхность. Абразивные частицы не прижимаются к поверхности и не зафиксированы, в результате чего они свободно перемещаются в разных направлениях и «вырывают» с поверхности образца небольшие объемы материала, нанося при этом значительные деформации. Это происходит потому, что незафиксированная абразивная частица не способна срезать материал (см. рис. 5.13). По этой причине скорость снятия материала в процессе притирки (количество материала, удаленного за единицу времени) очень мала, и при подготовке мягких материалов абразивные частицы часто внедряются в поверхность образца.

Деформация исследуемой поверхности и внедрение в нее абразивных частиц являются крайне нежелательными при подготовке металлографических образцов.

По описанным выше причинам притирка применяется только для подготовки очень твердых, хрупких материалов, таких как керамика и минералогические образцы.

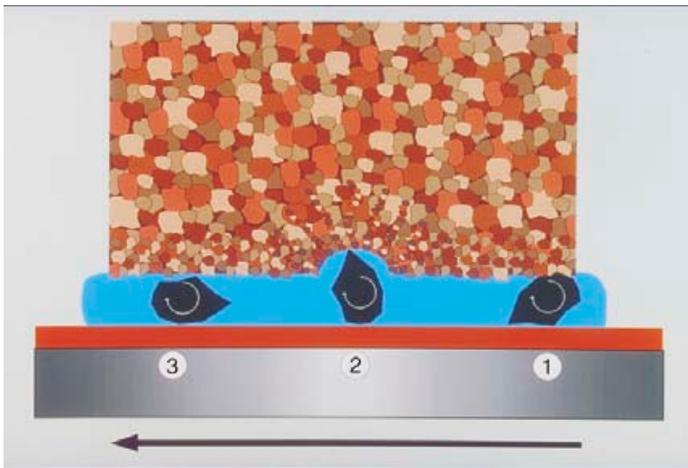


Рис. 5.13
Процесс притирки.

Три положения абразивной частицы:

- 1 – частица попадает под поверхность образца.
- 2 – частица переворачивается и «выдирает» материал с поверхности образца, нанося при этом значительную деформацию.
- 3 – частица перемещается дальше без соприкосновения с поверхностью образца.

ШЛИФОВАНИЕ

Шлифование – это процесс снятия материала с помощью зафиксированных относительно образца абразивных частиц. Эти частицы способны производить срез материала с поверхности (см. рис. 5.14).

Процесс среза материала наносит небольшую деформацию и обеспечивает высокий уровень снятия материала. При полировании реализуется тот же самый принцип, что и при шлифовании.

Основные условия процесса шлифования (полирования):

1. Усилие.

Усилие, с которым образец прижимается к абразивным частицам, должно быть достаточным для того, чтобы абразивные частицы могли произвести срез материала (см. рисунок ниже).

2. Фиксация абразивных частиц.

Абразивные частицы должны быть зафиксированы относительно образца (см. рисунок ниже).

3. Ориентация абразивных частиц.

Абразивные частицы должны быть ориентированы таким образом, чтобы обеспечить оптимальный срез материала.

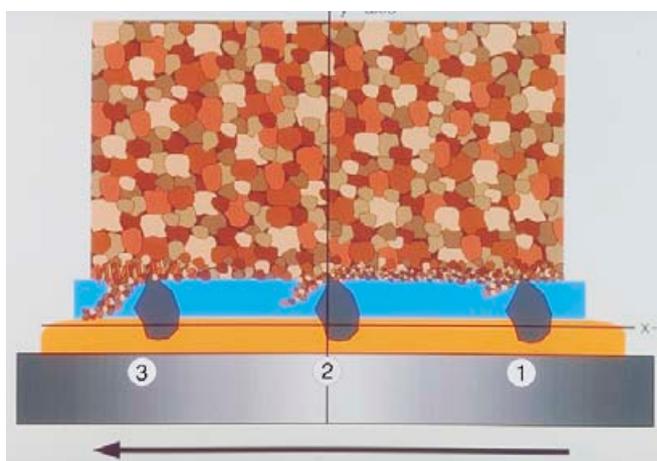


Рис. 5.14

Процесс шлифования/полирования.

Три положения зафиксированной абразивной частицы:

1 – частица попадает под поверхность образца. Частица зафиксирована по оси X, по оси Y имеет место определенное перемещение (упругость). Процесс срезания начинается с момента попадания частицы под поверхность образца.

2 – частица прошла половину пути, срез увеличивается.

3 – частица выходит из-под образца, оставляя царапину на его поверхности с относительно малой деформацией.

4. Дозировка абразива.

Скорость снятия материала зависит от применяемого абразива. Алмазы – лучший абразив. Они имеют высочайшую твердость – около 8000 HV, а это значит, что алмазы легко режут все материалы и фазы. Существуют различные типы алмазов. Исследования показали, что наилучший уровень снятия материала обеспечивают поликристаллические алмазы, поскольку они имеют много режущих граней.

SiC, карбид кремния с твердостью около 2500 HV широко используется для шлифовальной бумаги и отрезных кругов. Al₂O₃, оксид алюминия с твердостью около 2000 HV обычно используется для шлифовальных камней и отрезных кругов. Чаще всего используется для обработки черных металлов.

Примечание: твердость абразивных частиц должна быть в 2,5-3 раза больше твердости обрабатываемого материала. SiC и Al₂O₃ не могут использоваться для шлифования или полирования таких материалов, как керамика или спеченные карбиды.

Очень важно подавать определенное количество алмазного абразива в процессе подготовки. Если алмазные частицы будут применяться в больших количествах через большие интервалы, то протекание процесса будет неравномерным. Для лучшего контроля над процессом абразив должен подаваться небольшими порциями через короткие промежутки времени. Рекомендуется использовать алмазную суспензию с автоматическим дозатором. Это гарантирует постоянный воспроизводимый результат с низкими затратами на один образец.

5. Лубрикант.

Достаточная смазка между поверхностью образца и шлифовальным/полировальным диском необходима по трем причинам:

- Повышение уровня снятия материала: правильно выбранный лубрикант улучшает процесс удаления материала и сводит к минимуму царапины и деформации.
- Уменьшение трения: трение между образцом и диском должно быть оптимальным – слишком малое количество лубриканта может привести к перегреву, слишком много лубриканта приведет к уменьшению уровня снятия материала, так как абразивные частицы будут смываться с рабочей поверхности.
- Охлаждение: при идеальных условиях для оптимального шлифования/полирования будет иметь место нагрев из-за трения. Чтобы уменьшить нагрев, необходимо использовать правильный тип лубриканта.

Примечание: дозировка абразива частями в зависимости от количества необходимого лубриканта является очень важным фактором. Часто для оптимизации процесса необходимо большее количество абразива и меньшее лубриканта или больше лубриканта без добавления абразива.

ПОЛИРОВАНИЕ

Полирование включает в себя последние шаги процесса подготовки. Используются частицы небольшого размера и сукна с высокой упругостью, полирование может снять все деформации и царапины от тонкого шлифования. Существует риск создания полированием завала края или рельефа поверхности, поскольку сукно имеет определенную упругость. Эти дефекты устраняются путем максимального сокращения времени полирования.

5.3 РАСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ.

ШЛИФОВАЛЬНЫЕ ДИСКИ И ПОЛИРОВАЛЬНЫЕ СУКНА



MD-System – это широкий диапазон шлифовальных дисков и полировальных сукон на магнитной фиксации диаметром 200, 250, 300 и 350 мм.

Шлифовальные диски MD-System позволяют сократить процесс шлифования по сравнению с использованием SiC-бумаги до двух шагов и снизить общее время пробоподготовки. Значительно улучшается качество пробоподготовки по сравнению с использованием SiC-бумаги. Таким образом, шлифовальные диски MD-System по уровню эффективности значительно превосходят SiC-бумагу.

Преимущества MD-System:

- простота использования и замены дисков
- магнитная фиксация полировального сукна снимает проблему «пузырей» и «складок»
- низкие требования к обслуживанию
- сокращение количества шагов и времени подготовки
- высокий и постоянный уровень снятия материала
- совершенно ровная поверхность без завала края, рельефа и смазывания

МАГНИТНАЯ ОСНОВА ДЛЯ ФИКСАЦИИ МD-ДИСКОВ

MD-Disc – магнитный диск для фиксации всех типов подготовительных дисков. Оснащен сильным магнитным слоем с высокоточной обработкой для наибольшего магнитного притяжения. Так как магнитный диск подходит для крепления всех видов дисков, то Вы можете экономить и место, и деньги!



Рис. 5.15
MD-Disc

ДИСКИ ДЛЯ ВЫРАВНИВАНИЯ

Для выравнивания поверхности предлагается несколько различных дисков.

MD-Fuga – металлический диск с самоклеющимся слоем с одной стороны. Самоклеющийся слой разработан для надежного удержания шлифовальной SiC-бумаги в процессе пробоподготовки, также с возможностью легкого удаления после завершения шага пробоподготовки. На MD-Fuga может быть использовано более чем 50 листов шлифовальной бумаги.



Рис. 5.16
MD-Fuga

MD-Gekko – адаптер с силиконовым покрытием для удержания расходных материалов на магнитном диске. Предназначен для расходных материалов с глянцевой поверхностью и в то же время позволяет легко снимать их с адаптера.



Рис. 5.17
MD-Gekko

MD-Primo – диск SiC для выравнивания поверхности материалов с твердостью HV 40-150. Диски MD-Primo характеризуются прочной поверхностью для оптимального удаления материала на постоянном уровне. Срок службы его уникальной абразивной поверхности заменяет 100 листов шлифовальной бумаги.

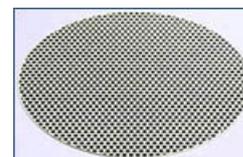


Рис. 5.18
MD-Primo

MD-Piano – алмазный диск для шлифования материалов с твердостью HV 150-2000. Диск MD-Piano характеризуется прочной поверхностью с алмазным абразивом для оптимального удаления материала на постоянном уровне. Заменяет 100 листов шлифовальной SiC-бумаги при более высоком качестве подготовки. Обеспечивается получение стандартных образцов без царапин и завала края, а также других дефектов, которые возможны при работе с шлифовальной бумагой.



Рис. 5.19
MD-Piano

ДИСКИ ДЛЯ ТОНКОГО ШЛИФОВАНИЯ

Для тонкого шлифования также предлагается несколько различных дисков.

Тонкое шлифование мягких материалов с твердостью HV 40-150 выполняется в один шаг на **MD-Largo**, с использованием алмазного абразива. Стальной композиционный диск MD-Largo исключает необходимость многошагового использования SiC-бумаги с разным размером зерна. MD-Largo обеспечивает высокую степень удаления материала, совершенную плоскостность и оптимальное удержание края. После одношагового шлифования при помощи MD-Largo образец готов к полированию.

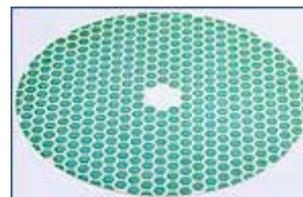


Рис. 5.20
MD-Largo

Тонкое шлифование материалов с твердостью HV150 и выше выполняется в один шаг на диске **MD-Allegro** с использованием алмазного абразива. Диск MD-Allegro – это стальной композиционный диск, заменяющий многошаговое использование SiC-бумаги с разным размером зерна. MD-Allegro обеспечивает высокую степень удаления материала, совершенную плоскостность и оптимальное удержание края. После одношагового шлифования при помощи MD-Allegro образец готов к полированию.



Рис. 5.21
MD-Allegro

ДИСКИ ДЛЯ ПОЛИРОВАНИЯ

MD-Cloths™ предлагается с различным ворсом и материалами для всех процессов конечного полирования. Каждое сукно имеет тонкую металлическую основу, которая примагничивается к диску MD-Disc, исключая риск возникновения воздушных пузырей или складок при фиксации полировального сукна на диске. Удаление сукна осуществляется очень легко простым снятием непосредственно с диска.



Рис. 5.22
MD-Cloths

ХРАНЕНИЕ ДИСКОВ

Для хранения MD-дисков применяются боксы **MD-Concert** и **MD-Concertino**. MD-Concert состоит из 10-ти отделений для дисков диаметром 200 мм, 250 мм и 300 мм. **MD-Concertino** меньшего размера и состоит из 8-ми отделений для дисков диаметром 200 мм. Боксы помогают полностью решить проблемы хранения и позволяют сортировать шлифовальные диски и полировальное сукно.



Рис. 5.23
MD-Concert



Рис. 5.24
Применение шлифовальных дисков и полировальных сукон

ПОЛИРОВАЛЬНЫЕ ПРОДУКТЫ

Кроме шлифовальных и полировальных дисков, для подготовки материалографических образцов необходимы высококачественные абразивные материалы.

АЛМАЗНОЕ ПОЛИРОВАНИЕ

В конце 1950-х компания Struers представила на рынок новую абразивную алмазную пасту для пробоподготовки материалографических образцов. Это был значительный прорыв в материалографии благодаря новому использованию алмазов, что позволило выполнять подготовку как мягких, так и твердых фаз любого материала независимо от его твердости.

Изначально предлагались только природные алмазы, но с введением искусственных алмазов появилась возможность более широкого их применения, и сегодня компания Struers может предложить Вам алмазную продукцию для любых целей в области материалографического шлифования и полирования.

Алмазная продукция Struers для полирования подвергается самому строгому контролю как во время разработки, так и во время производства. Именно эффективный контроль отличает продукцию Struers от продукции других компаний. Более того, вся алмазная продукция Struers производится без использования фреона (CFC).

Компания Struers производит весь спектр алмазной продукции для шлифования и полирования металлографических образцов:

- алмазные суспензии DP-Suspension
- алмазные пасты DP-Paste
- алмазные спреи DP-Spray
- алмазные карандаши Dp-Stick
- серия различных смазочно-охлаждающих жидкостей (лубрикантов) DP-Lubricants для совместного использования с алмазной продукцией

Особое внимание стоит обратить на новые алмазные суспензии «2 в 1», содержащие в себе алмазы и лубрикант:

DiaPro

Алмазная суспензия DiaPro специально разработана компанией Struers для получения наилучших результатов при шлифовании и полировании. Каждый вид DiaPro специально разработан под определенный тип пробоподготовительного диска и включает в себя алмазную суспензию и лубрикант. Использование алмазных суспензий DiaPro позволит сократить время обработки до 30% при получении превосходных результатов по плоскостности образцов, удержанию края и воспроизводимости результатов. Кроме того, суспензии DiaPro идеально подходят для использования в автоматических дозирующих системах.

DiaDuo-2

DiaDuo-2 представляет собой универсальный продукт, включающий в себя алмазную суспензию и лубрикант в идеально подобранном соотношении, и не содержит растворителей. Использование DiaDuo-2 позволяет максимально сократить расход дорогостоящих алмазных продуктов. DiaDuo-2 оптимально подходит для дозирования вручную, то есть без использования автоматических дозирующих устройств, обеспечивая при этом идеальную поверхность микрошлифа.



Рис. 5.25
Алмазные продукты Struers



Рис. 5.26
Алмазная суспензия DiaPro



Рис. 5.27
Алмазная суспензия DiaDuo-2

Для достижения наилучших результатов для некоторых материалов, особенно мягких и вязких, требуется окончательное оксидное полирование. Коллоидальная двуокись кремния с размером абразивных зерен 0,04 мкм и pH 9,8 дает превосходные результаты. Комбинация химической активности и легкого абразивного эффекта приводит к получению поверхности абсолютно без царапин и деформаций. Оксидная суспензия OP-U используется для всех типов материалов, а OP-S может использоваться вместе с присадками, повышающими химическую активность. Это делает ее подходящей для очень пластичных материалов. Суспензия OP-A, содержащая оксид алюминия, используется для конечного полирования низко- и высоколегированных сталей, сплавов на никелевой основе и керамики.



Рис. 5.28
Оксидные суспензии

Алмазы для металлографического шлифования и полирования обычно выпускаются в двух различных модификациях: поликристаллические (P) и монокристаллические (M).

Поликристаллические алмазы состоят из множества мельчайших кристалликов, содержащих огромное количество маленьких острых режущих граней. В процессе металлографической пробоподготовки эти мельчайшие грани позволяют достичь высокой степени удаления материала при малой глубине образующихся царапин.

Монокристаллические алмазы имеют более простую форму и немного острых режущих граней. Эти алмазы позволяют достичь высокой степени удаления материала с достаточно разнообразной структурой царапин (см. рис. 5.29).



Рис. 5.29 Поликристаллические алмазы (справа) и монокристаллические алмазы (слева)

Для высококачественного шлифования и полирования выбираются поликристаллические алмазы (P-тип), тогда как монокристаллические алмазы (M-тип) хорошо подходят для многоцелевого шлифования и полирования.

В дополнение к поликристаллическим алмазам и монокристаллическим алмазам компания Struers предлагает алмазную суспензию DiaDuo, содержащую алмазы так называемого типа M+. Алмазы типа M+ являются монокристаллическими алмазами, но с характеристиками, близкими к поликристаллическим алмазам. Эффективность использования алмазов M+, таким образом, более высокая по сравнению с традиционными монокристаллическими алмазами.

Спектр алмазной продукции компании Struers охватывает большую область использования в металлографии. Некоторые методики пробоподготовки предъявляют более высокие требования к качеству алмазной продукции, чем прочие, поэтому очень важно точно знать, что необходимо для конкретного метода пробоподготовки. Высокие требования к результатам пробоподготовки обосновывают необходимость критического выбора абразива (поликристаллические алмазы, P-тип), а в случае, когда можно достичь приемлемых результатов, что случается довольно часто, процесс пробоподготовки может выполняться с использованием менее дорогих алмазных продуктов (монокристаллических алмазов M-типа или M+). При выборе алмазной продукции необходимо учитывать требуемое качество образца, время и экономичность процесса подготовки.

5.4 ЭТАПЫ ПОДГОТОВКИ

ШЛИФОВАНИЕ

Первый шаг механического снятия материала называется шлифованием. Шлифованием не только убираются повреждения и деформации с поверхности материала, но и наносятся новые небольшие деформации. Задача шлифования – выровнять поверхность с минимумом повреждений, которые можно убрать в процессе полирования за предельно малое время.

Шлифование подразделяется на две стадии:

- Выравнивание поверхности PG (Plane Grinding)
- Тонкое шлифование FG (Fine Grinding)

Выравнивание поверхности PG

Первым шагом шлифования обычно является выравнивание поверхности. Оно обеспечивает достижение одинакового состояния поверхности всех образцов, вне зависимости от их первоначального состояния и предшествующей обработки.

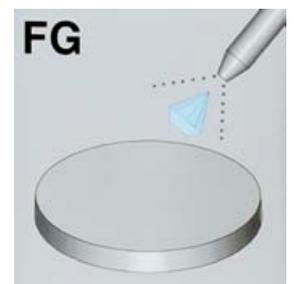
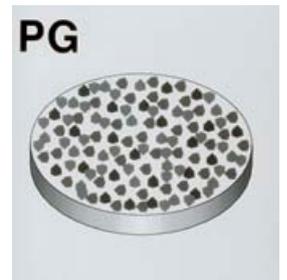
Кроме того, когда несколько образцов подготавливаются одновременно в одном держателе, необходимо, чтобы обрабатываемая поверхность всех образцов лежала в одной плоскости.

Для достижения максимального уровня снятия материала целесообразно использование абразива с большим размером частиц. Для выравнивания поверхности применяются диски MD-Primo или MD-Piano. Они позволяют получить абсолютно ровные образцы и сокращают время обработки на следующем шаге тонкого шлифования. Кроме того, диски MD-Primo и MD-Piano обеспечивают хорошее удержание края (края образца не заваливаются). Диск MD-Primo содержит карбид кремния (SiC) и применяется для шлифования мягких материалов твердостью не более 150 HV. Диск MD-Piano содержит алмазы и применяется для материалов с твердостью от 150 HV и выше. MD-Primo и MD-Piano в своей основе имеют абразивные частицы в смоляной основе. В процессе износа находящиеся в смоляной основе новые абразивные частицы обеспечивают постоянный уровень снятия материала. Также для выравнивания применяется SiC-бумага и шлифовальные камни, содержащие карбид кремния или оксид алюминия (корунд).

Тонкое шлифование FG

Результатом тонкого шлифования является поверхность с тем минимумом деформаций, которые могут быть убраны в процессе полирования.

Высокий уровень снятия материала достигается с помощью абразивных частиц размером 15, 9 или 6 мкм. Для этого используются диски для тонкого шлифования MD-Largo или MD-Allegro, или твердые сукна с низкой упругостью MD-Plan, MD-Rap или MD-Dur. MD-Largo и MD-Allegro – твердые композитные диски с поверхностью, покрытой композитным материалом, который позволяет непрерывно поступающим на поверхность алмазным частицам внедряться в него и осуществлять эффективное шлифование. MD-Largo и MD-Allegro обеспечивают высокий уровень снятия материала, плоскостность и гарантируют удержание края. В процессе шлифования усилие на образец должно быть относительно высоким для обеспечения высокого уровня снятия материала.



ПОЛИРОВАНИЕ

Как и шлифование, полирование должно убрать повреждение от предыдущего шага подготовки. Это достигается с помощью нескольких материалографических шагов с использованием определенных абразивных частиц.

Полирование подразделяется на две стадии:

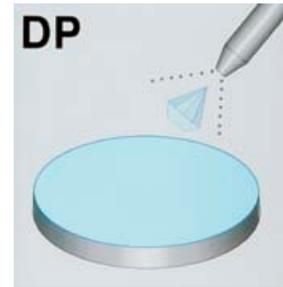
- Алмазное полирование DP (Diamond Polishing)
- Оксидное полирование OP (Oxide Polishing)



Алмазное полирование DP

Алмазы используются как абразив для более быстрого удаления материала и получения наилучшей плоскостности. Других абразивов для получения подобных результатов не существует. Алмазы имеют очень высокую твердость, что позволяет применять их для любых материалов и фаз.

В процессе полирования желателен более низкий уровень снятия материала, так как целью полирования является получение поверхности образца без царапин и деформаций. Более эластичные сукна, такие как MD-Mol или MD-Nap, используются с частицами небольшого размера (3 или 1 мкм) для приближения уровня снятия материала к нулю. Более низкое усилие на образец будет также снижать уровень снятия материала.

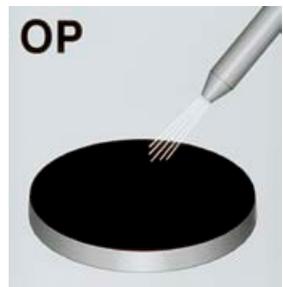


Оксидное полирование OP

Для некоторых материалов, особенно мягких и пластичных, требуется конечное полирование для оптимального качества. В этом случае используется оксидное полирование.

Коллоидальная двуокись кремния с размером зерна 0,04 мкм и pH 9,9 позволяет получить отличные результаты. Сочетание химической активности и легкого абразива приводит к получению поверхности, абсолютно лишенной царапин и деформаций. OP-U – полировальная суспензия, применяемая для всех типов материалов. OP-S может использоваться вместе с реагентами, повышающими химическую активность суспензии. Это делает OP-S суспензией подходящей для очень пластичных материалов.

Суспензия OP-A, содержащая оксид алюминия, используется для конечного полирования низко- и высоколегированных сталей, сплавов на основе никеля и керамики.



5.5 ПАРАМЕТРЫ ПОДГОТОВКИ

ПОВЕРХНОСТЬ



Для подготовки поверхности образца к исследованиям используются шлифовальные диски или полировальное сукно.

Для первичной подготовки новых материалов всегда используйте диски (сукна) в соответствии с выбранным методом подготовки. Подобрать альтернативные шлифовальные диски и полировальные сукна можно, воспользовавшись таблицей на стр. 73-74.

АБРАЗИВ



Для шлифования и полирования образцов используются абразивные материалы.

Алмазы являются самым широко используемым абразивным материалом во всех методах подготовки. Исключением являются этап выравнивания поверхности (PG), на котором для самых мягких материалов могут использоваться другие абразивы, и этап оксидного полирования (OP), где используется коллоидальная двуокись кремния для удаления царапин. Твердость абразива должна в 2,5-3 раза превышать твердость приготавливаемого образца. Никогда не используйте более мягкий абразив – это может привести к возникновению различных дефектов. Количество используемого абразива зависит от типа шлифовальной/полировальной поверхности и твердости образца. При использовании сукна с низкой упругостью для твердых образцов требуется применять большее количество абразива, чем при использовании сукна с большой упругостью для мягких образцов, так как абразивные частицы быстро изнашиваются.

ЗЕРНИСТОСТЬ/РАЗМЕР ЗЕРНА



Зернистость или размер зерна используемого абразива. С целью предотвращения повреждения образца на первом этапе подготовки следует использовать наименьший размер абразивных частиц. В течение последующих этапов выбираются максимально возможные интервалы между размерами абразивных частиц, что позволяет минимизировать время обработки.

ЛУБРИКАНТ



Лубрикант – это жидкость, используемая для охлаждения и смазки образца в процессе подготовки. В зависимости от типа материала образца и этапа подготовки могут использоваться различные типы лубрикантов.

Голубой и зеленый лубриканты обладают высокой охлаждающей способностью и низким смазывающим эффектом. Голубой лубрикант изготовлен на спиртовой основе, зеленый – на водной и не содержит спирта. Красный лубрикант обладает высоким смазывающим эффектом и более низкой охлаждающей способностью. Если необходимо удалить с поверхности образца большое количество материала, то наиболее подходящим является использование голубого или зеленого лубрикантов, а красный следует использовать при полировании мягких и хрупких материалов. В зависимости от типа материала образца и типа используемого диска используется различное количество абразива и лубриканта. Обычно для избежания повреждений мягких материалов требуется большое количество лубриканта, а абразива требуется немного, так как износ абразивных частиц очень мал.

Для твердых материалов требуется меньшее количество лубриканта, но больше абразива, так как абразивные частицы быстро изнашиваются. Для получения самых наилучших результатов количество подаваемого лубриканта должно быть оптимально. Полировальное сукно должно быть влажным, но не мокрым. Избыток лубриканта будет только смывать абразив и оставаться толстым слоем между образцом и диском, сводя, таким образом, снятие материала до минимума.



СКОРОСТЬ ВРАЩЕНИЯ

Скорость, с которой вращается пробоподготовительный диск. Для различных этапов подготовки используется различная скорость вращения диска. Так, при выравнивании поверхности с целью быстрого снятия материала используется высокая скорость вращения диска, а на последующих шагах подготовки скорости вращения пробоподготовительного диска и держателя образцов должны быть одинаковы и составлять 150 об/мин. Диск и держатель образцов должны вращаться в одном и том же направлении. Так как мы работаем с безвозвратной потерей абразивных материалов, то высокие скорости вращения пробоподготовительного диска будут способствовать выбрасыванию суспензии с его поверхности, что приведет к большому расходу как лубриканта, так и абразива. Динамика процесса полирования рассмотрена на стр. 95.



УСИЛИЕ

Общее усилие, которое оказывает держатель образцов или одиночный образец на шлифовальный/полировальный диск. Данные, указанные в методах подготовки, приведены для 6 стандартных образцов диаметром 30 мм, зажатых в держателе диаметром 160 мм. Образцы запрессованы в смолу, и поверхность образцов должна приблизительно составлять 50% от заливки. При подготовке одиночных образцов усилие должно быть установлено 1/6 от значения, приведенного в методах подготовки. Если образцы имеют меньший размер или их меньше в держателе, то усилие должно быть уменьшено во избежание таких повреждений, как деформация. Для больших образцов усилие и время обработки должно быть немного увеличено. При высоком усилии, за счет высокого трения, увеличивается температура нагрева образца, и в таком случае возможно возникновение термических повреждений.



ВРЕМЯ ПОДГОТОВКИ

Время подготовки – это время, в течение которого держатель образцов вращается и оказывает усилие на шлифовальный/полировальный диск. Время подготовки устанавливается в минутах и должно быть минимальным с целью избежания таких дефектов, как рельеф и завал края. Время обработки также может быть отрегулировано в зависимости от размера образца. Для больших образцов его следует увеличить. В данном случае необходимо проверять поверхность образцов каждую минуту, чтобы знать, когда переходить к следующему шагу подготовки. Для образцов размером меньше стандартных (см. выше) время должно устанавливаться без изменений, а усилие должно быть уменьшено.

Выбор усилия и времени обработки определяется с помощью приведенных ниже графика на рис. 5.30 и таблицы 15.

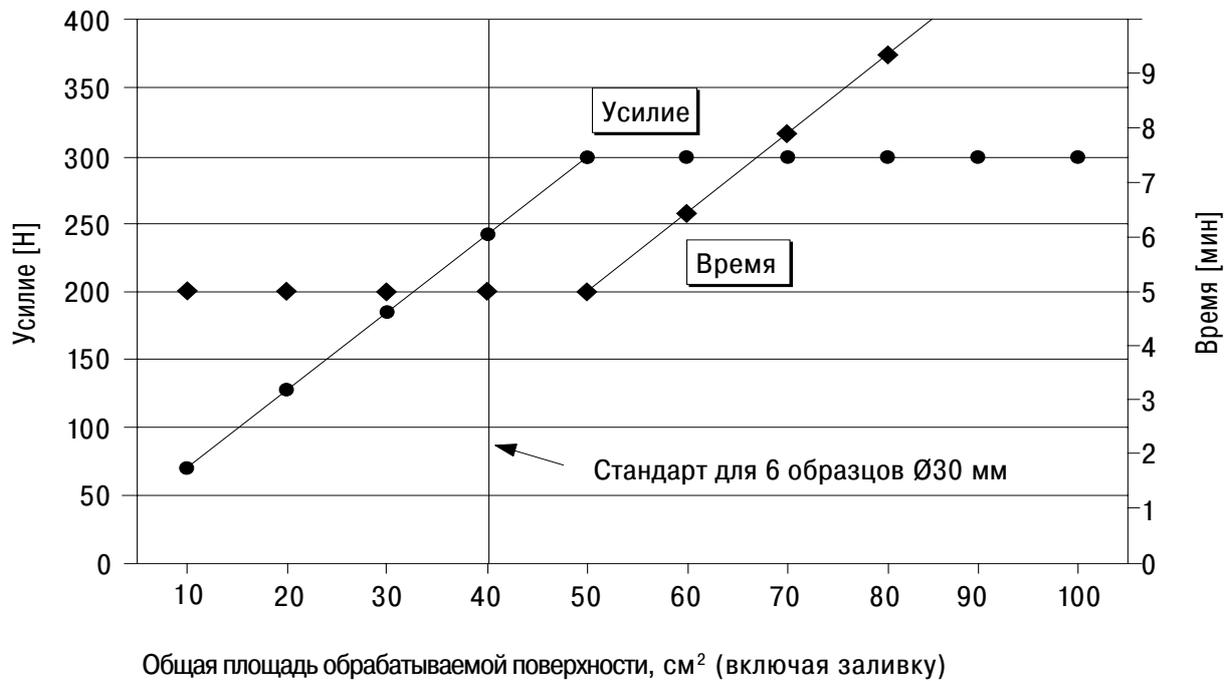


Рис. 5.30
Определение параметров подготовки

Таблица 15
Площадь образца в см²

Диаметр образца	Количество образцов		
	1	3	6
25 мм	5	15	29
30 мм	7	21	42
40 мм	13	38	75
50 мм	20	59	118
3 образца ø25 мм = 15 см² делим усилие на 3			
3 образца ø30 мм = 21 см² делим усилие на 2			
3 образца ø40 мм = 38 см² оставляем усилие без изменений			
6 образцов ø25 мм = 29 см² делим усилие на 1,5			
6 образцов ø30 мм = 42 см² стандартное усилие			
6 образцов ø40 мм = 75 см² немного увеличиваем усилие, увеличиваем время подготовки			

5.6 БАЗОВЫЕ МЕТОДЫ ПОДГОТОВКИ

Выбор метода подготовки осуществляется по диаграмме Metallogram рис. 5.36.

На Metallogram представлены различные материалы в зависимости от их физических свойств – твердости и пластичности, от которых и зависит выбор того или иного метода подготовки.

Твердость – самый простой показатель, но не дающий достаточного количества информации о материале для выбора правильного метода подготовки.

Пластичность – способность материала пластически деформироваться – является намного более важным фактором. Как материал фактически реагирует на механическое воздействие? Легко ли его деформировать, или мы получим трещины либо другие дефекты в процессе подготовки?

Metallogram отображает материалы в зависимости от их твердости и пластичности, так как на основании именно этих характеристик выбирается метод подготовки образца. Для подготовки материалов, которые не представлены на Metallogram, то есть композитов, образцов с различного рода покрытиями и прочих материалов, содержащих в своем составе различные фазы и компоненты, необходимо руководствоваться следующими правилами:

- Выбирайте метод, который подходит для преобладающей фазы в структуре образца.
- Проверяйте образец после каждого этапа подготовки, и если выявите какие-либо дефекты, то обратитесь за помощью в раздел 5.7 «Основные правила подготовки шлифов».

Наиболее частыми дефектами при подготовке образцов являются: завал края, рельеф, деформация поверхности и пористость.

Описание Metallogram

На оси X представлена твердость материала по Викерсу. Значения не представлены в виде линейной зависимости, так как методов подготовки для мягких материалов больше, чем для твердых. Форма Metallogram – это результат отображения различных материалов: от мягких и более пластичных до твердых и более хрупких.

Выбор метода подготовки

Сначала найдите твердость материала по оси X. Затем, в зависимости от его пластичности, двигайтесь по диаграмме вверх или вниз. В отличие от твердости, для пластичности нелегко установить числовые значения. Вам нужно определить значение по оси Y, исходя из опыта. Вы должны знать, что представляет собой подготавливаемый материал, пластичный он или хрупкий.

В качестве примера на Metallogram представлены лишь некоторые материалы (см. описание ниже). Основой Metallogram являются десять базовых методов подготовки, семь из которых (A-G) покрывают весь спектр материалов и обеспечивают самые лучшие результаты подготовки. Оставшиеся три (X,Y,Z) – обеспечивают максимально быстрое достижение приемлемых результатов.

Примеры материалов:

- | | |
|--------------------|---|
| 1. MgAl сплав (A) | 6. Инструментальная сталь (Y) |
| 2. Cu, чистая (B) | 7. Сталь подшипниковая, 100 Cr ₆ (E) |
| 3. AlSi сплав (X) | 8. WC/Co спеченный карбид (F) |
| 4. CuZn сплав (C) | 9. Карбиды в металлической матрице (Z) |
| 5. Серый чугун (D) | 10. Керамика Si ₃ N ₄ (G) |

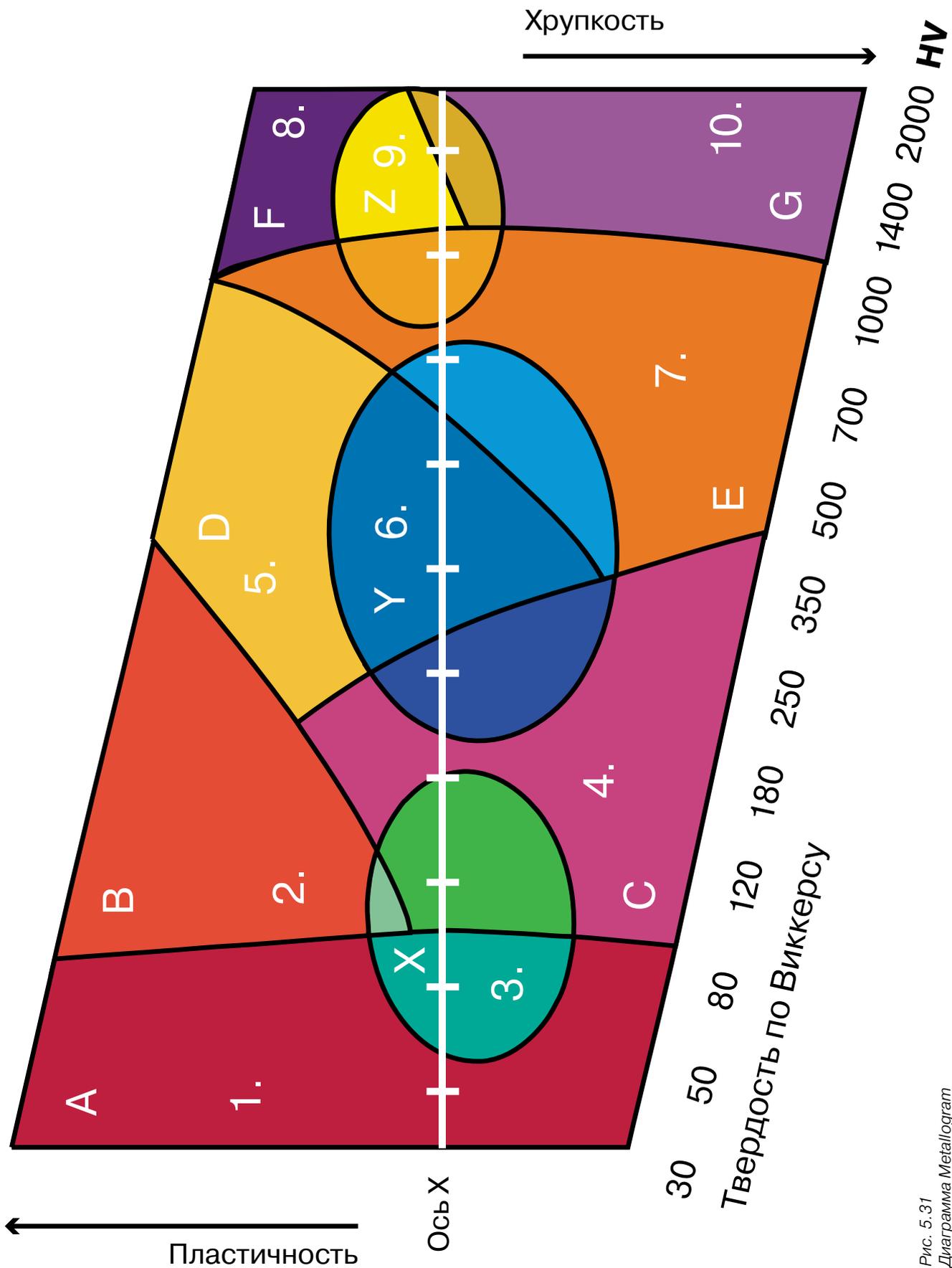


Рис. 5.31
 Диаграмма Metallogram

Основные методы подготовки

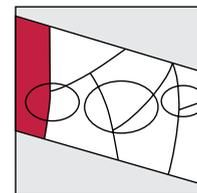
Метод подготовки образца для исследования включает в себя серию шагов, на каждом из которых, в зависимости от типа используемого абразива, с поверхности образца механически удаляется определенное количество материала. Метод подготовки обычно включает следующие шаги:

- Выравнивание поверхности (PG)
- Тонкое шлифование (FG)
- Алмазное полирование (DP)
- Оксидное полирование (OP)

Фирмой Struers разработано семь основных методов подготовки, используя которые можно приготовить для исследования образцы из самых различных материалов. Методы A, B, C, D, E, F и G обеспечивают наилучшие результаты подготовки, методы X, Y, Z – позволяют максимально быстро подготовить образцы для исследований. Эти три метода хорошо подходят для широкого спектра материалов и предназначены для получения приемлемых результатов за короткое время.

Все указанные выше методы подготовки отражены на диаграмме Metalogram, где также представлены различные материалы в зависимости от их физических свойств: твердости и хрупкости.

Методы разработаны для подготовки 6 залитых образцов диаметром 30 мм, зажатых в держателе образцов диаметром 160 мм. Площадь поверхности образцов должна составлять приблизительно 50 % от площади заливки. Для образцов другого диаметра необходимо дополнительно отрегулировать усилие и время подготовки (см. рис. 5.30 и таблицу 15 на стр. 61).



Шаг	Выравнивание (PG)	Тонкое шлифование (FG)	Алмазная полировка (DP)	Оксидная полировка (OP)
Тип диска	SiC-бумага #320	MD-Largo	MD-Mol	MD-Nap/ MD-Chem
Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 3 мкм	OP-S или OP-U
Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Красный	–
Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150	150
Усилие (Н)	150	240	150	60
Время подготовки* (мин)	До выравнивания	3	5	1

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

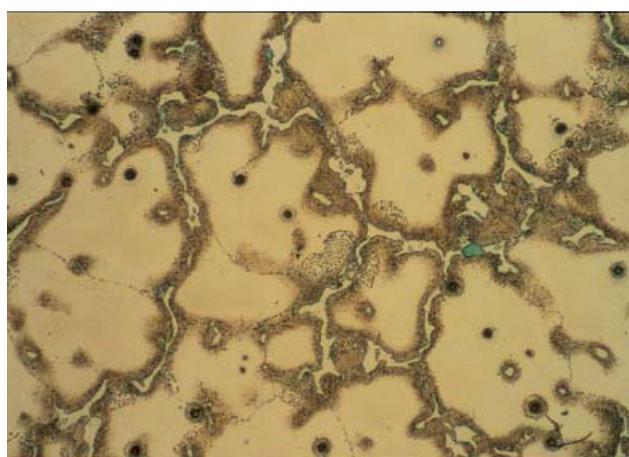
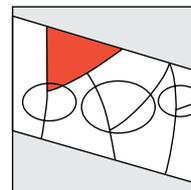
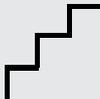


Рис. 5.32
MgAl сплав.
Травитель: молибденовая кислота, 500x



Рис. 5.33
Сплав Cu₅₈Zn₄₂.
Травитель: Klemm III, 500x



 Шаг	 Выравнивание (PG)	 Тонкое шлифование (FG)	 Алмазная полировка (DP)	 Оксидная полировка (OP)
 Тип диска	MD-Primo 220	MD-Largo	MD-MoI	MD-Nap/ MD-Chem
 Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 3 мкм	OP-S или OP-U
 Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Красный	–
 Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150	150
 Усилие (Н)	180	240	150	60
 Время подготовки* (мин)	До выравнивания	5	2	2

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

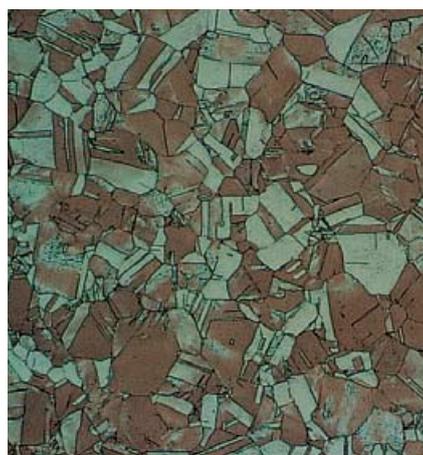


Рис. 5.34
Чистая медь.
Травитель: чистый хлористый аммоний, 50х.



Рис. 5.35
Ковкий чугун.
Травитель: раствор азотной кислоты в спирте, 200х.

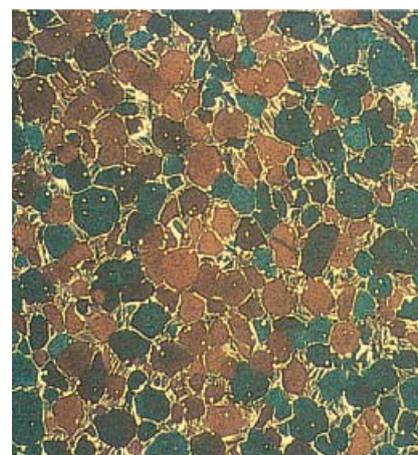
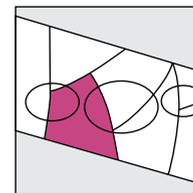


Рис. 5.36
Титан.
Травитель: NH_4HF_2 , 5% H_2O , 50х.
Титан и материалы подобного рода подготавливаются согласно методу B, но без DP-шага. Вместо этого расширен OP-шаг – он занимает 2 минуты. Используется OP-S с добавлением перекиси водорода и аммиака (96 ml OP-S, 2 ml H_2O_2 , 2 ml NH_3).



Шаг	Выравнивание (PG)	Тонкое шлифование (FG)	Алмазная полировка (DP)	Оксидная полировка (OP)
Тип диска	MD-Primo 220	MD-Largo	MD-Dac	MD-Nap/ MD-Chem
Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 3 мкм	OP-S или OP-U
Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Зеленый/голубой	–
Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150	150
Усилие (Н)	180	240	180	60
Время подготовки* (мин)	До выравнивания	3	3	1

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

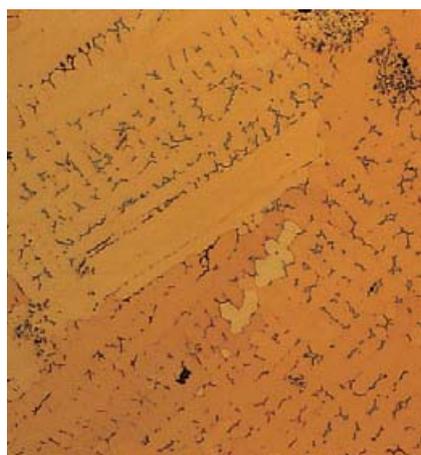


Рис. 5.37
Медный сплав с 37% Zn.
Травитель: Klemm III, 50x.

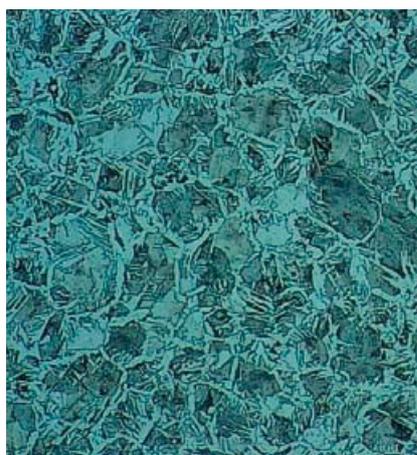
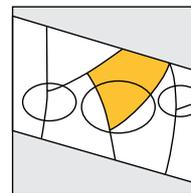
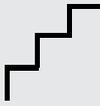


Рис. 5.38
Среднеуглеродистая сталь, перегретая.
Травитель: раствор азотной кислоты в спирте, 200x.



Рис. 5.39
Эвтектический медный сплав с 8,4% P.
Травитель: Klemm III, 100x.



 Шаг	 Выравнивание (PG)	 Тонкое шлифование (FG)	 Алмазная полировка (DP)	 Оксидная полировка (OP)
 Тип диска	MD-Piano 220	MD-Allegro	MD-Dac	MD-Chem
 Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 3 мкм	OP-A
 Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Зеленый/голубой	–
 Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150	150
 Усилие (Н)	240	180	180	90
 Время подготовки* (мин)	До выравнивания	4	4	2

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

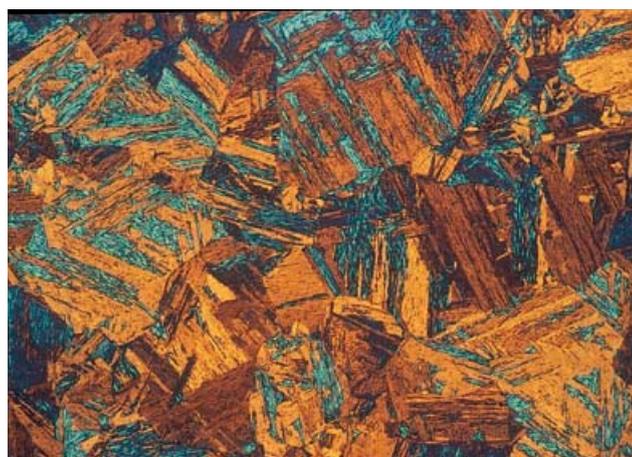


Рис. 5.40
Низкоуглеродистая сталь.
Травитель: Klemm I, 100x.

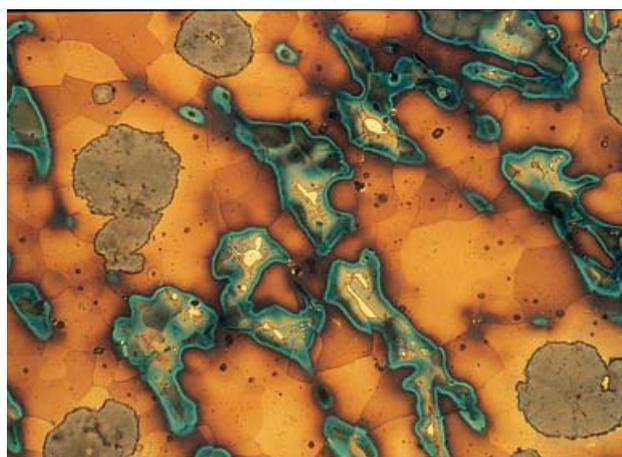
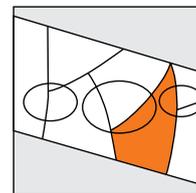


Рис. 5.41
Чугун.
Травитель: Klemm I, 50x.



Шаг	Выравнивание (PG)	Тонкое шлифование (FG)	Алмазная полировка (DP)	Оксидная полировка (OP)
Тип диска	MD-Piano 120	MD-Allegro	MD-Dur	MD-Nap/ MD-Chem
Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 6 мкм	1 мкм или OP-U
Лубрикант*	–	Зеленый/ голубой	Зеленый/ голубой	–
Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150	150
Усилие (Н)	240	240	180	150 или 90
Время подготовки* (мин)	До выравнивания	3	3	1

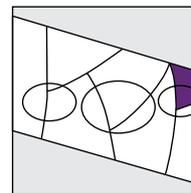
* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

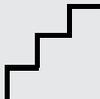


Рис. 5.42
100 Cr₆
Травитель: раствор азотной кислоты в спирте, 500х.



Рис. 5.43
Белый чугун.
Травитель: Klemm I, 500х.



 Шаг	 Выравнивание (PG)	 Тонкое шлифование (FG) 1	 Алмазная полировка (DP)	 Оксидная полировка (OP)
 Тип диска	MD-Piano 120	MD-Allegro	MD-Dac	MD-Chem
 Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 3 мкм	OP-S или OP-U
 Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Зеленый/голубой	–
 Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150	150
 Усилие (Н)	240	240	180	90
 Время подготовки* (мин)	До выравнивания	5	3	1

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

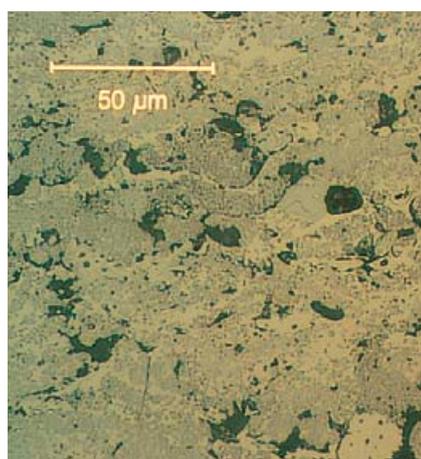


Рис. 5.44
Плазменное напыление,
88/12 WC/ Co.
Светлое поле, 500х.

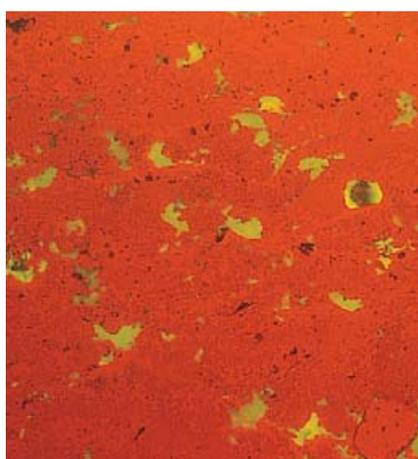
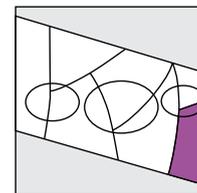
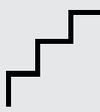


Рис. 5.45
Плазменное напыление.
Почти все поры заполнены смолой
Ероху и Еродуе, 500х.



Рис. 5.46
Спеченный карбид.
DIC, 1000х.



 Шаг	 Выравнивание (PG)	 Тонкое шлифование (FG) 1	 Оксидная полировка (OP)
 Тип диска	MD-Piano 120	MD-Plan	MD-Chem
 Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	OP-S или OP-U
 Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	–
 Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150
 Усилие (Н)	180	210	120
 Время подготовки* (мин)	До выравнивания	10	1

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

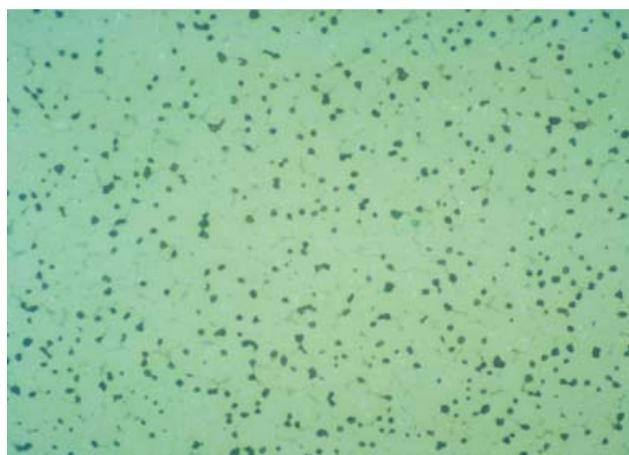


Рис. 5.47
ZrO₂, 200x.

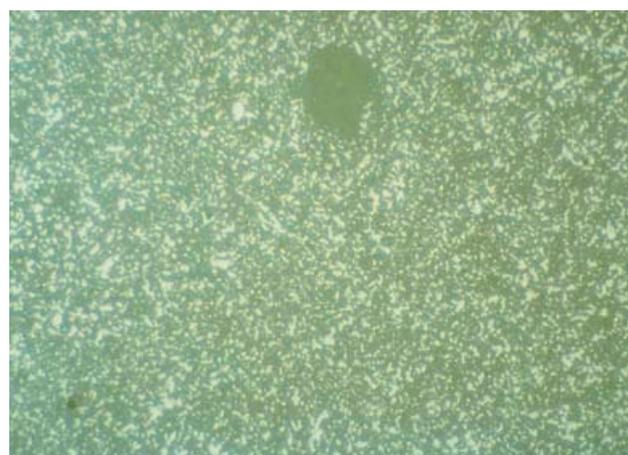
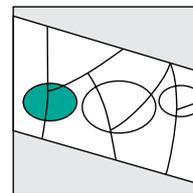
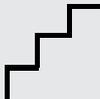


Рис. 5.48
Si₃N₄, 500x.



 Шаг	 Выравнивание (PG)	 Тонкое шлифование (FG)	 Алмазная полировка (DP)
 Тип диска	SiC-бумага #320	MD-Largo	MD-MoI
 Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 1 мкм
 Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Красный
 Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150
 Усилие (Н)	180	210	150
 Время подготовки* (мин)	До выравнивания	5	3

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

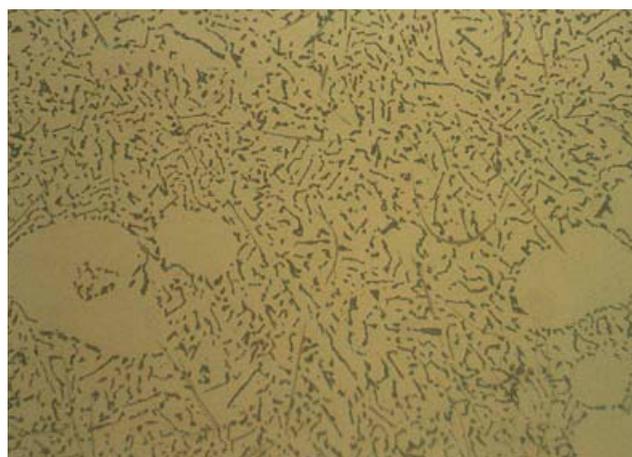
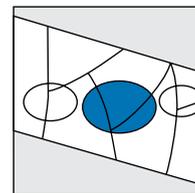
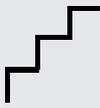


Рис. 5.49
Al-Si сплав, 100х.

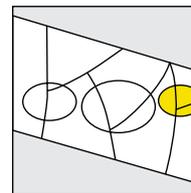


 Шаг	 Выравнивание (PG)	 Тонкое шлифование (FG)	 Алмазная полировка (DP)
 Тип диска	MD-Piano 120	MD-Allegro	MD-Plus
 Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 3 мкм
 Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Зеленый/голубой
 Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150
 Усилие (Н)	240	240	180
 Время подготовки* (мин)	До выравнивания	3	3

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.



Рис. 5.50
Инструментальная сталь.
Травитель: раствор азотной кислоты в спирте, 200х.



 Шаг	 Выравнивание (PG)	 Тонкое шлифование (FG)	 Алмазная полировка (DP)
 Тип диска	MD-Piano 120	MD-Allegro	MD-Dac
 Тип суспензии*	вода	Алмазная суспензия 9 мкм	Алмазная суспензия 3 мкм
 Лубрикант*	–	Зеленый/голубой	Зеленый/голубой
 Скорость вращения диска (об/мин)	300	150	150
 Усилие (Н)	300	240	180
 Время подготовки* (мин)	До выравнивания	4	3

* При использовании суспензий DiaPro лубрикант не используется. Для DiaPro время подготовки сокращается примерно на 30%.

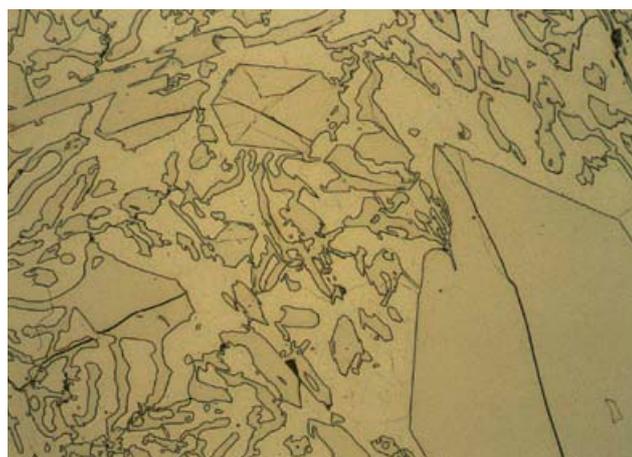


Рис. 5.51
Карбиды в металлической матрице. 200х.

5.7 ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА ПОДГОТОВКИ ШЛИФОВ

Для улучшения метода подготовки определенного материала убедитесь, что материал подготовлен по соответствующему методу из Metalogram (рис. 5.36).

Ниже приведены основные правила, которым необходимо следовать:

- Если материал подготавливался в первый раз, образец должен исследоваться под микроскопом после каждого шага. Это делает более простым выявление дефектов подготовки.
- До перехода к следующему шагу необходимо убедиться, что все повреждения от предыдущего шага, такие как царапины, выбоины или внедрение абразива, полностью убраны. В противном случае дефекты подготовки, возникшие при начальных шагах, могут проявиться в конце подготовки, и будет невозможно определить, когда именно они возникли.
- Используйте возможно короткое время подготовки. Если время подготовки больше необходимого, это приводит к большому расходу материалов и даже к таким дефектам подготовки образца, как завал края и рельеф.
- Новые полировальные сукна и шлифовальные диски должны быть «обкатаны» в течение небольшого времени для достижения наилучшего результата.

Таблица 16

Выбор диска для выравнивания и тонкого шлифования

Название и описание	Применение	Срок службы
Шлифовальный камень #60 Оксид алюминия. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 60.	Выравнивание поверхности мягких и пластичных материалов.	–
Шлифовальный камень #150 Оксид алюминия. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 150.	Выравнивание поверхности материалов с твердостью >250 HV.	–
Шлифовальный камень #150 Карбид кремния. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 150.	Выравнивание поверхности цветных металлов.	–
MD-Piano 80 Диск с алмазами в смоляной основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 80.	Выравнивание поверхности материалов с твердостью >150 HV. Например: черные металлы, бетон, керамика.	Заменяет 200 листов SiC-бумаги.
MD-Piano 120 Диск с алмазами в смоляной основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 120.	Выравнивание поверхности материалов с твердостью >150 HV. Например: черные металлы, бетон, керамика.	Заменяет 200 листов SiC-бумаги.
MD-Piano 220 Диск с алмазами в смоляной основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 220.	Выравнивание поверхности материалов с твердостью >150HV. Например: черные металлы, бетон, керамика.	Заменяет 100 листов SiC-бумаги.
MD-Piano 600 Диск с алмазами в смоляной основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 600.	Тонкое шлифование материалов с твердостью >150HV. Например: черные металлы, бетон, керамика.	Заменяет 200 листов SiC-бумаги.

Таблица 16
(продолжение)

Название и описание	Применение	Срок службы
MD-Piano 1200 Диск с алмазами в смоляной основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 1200.	Тонкое шлифование материалов с твердостью >150 HV. Например: черные металлы, бетон, керамика.	Заменяет 200 листов SiC-бумаги.
MD-Forte 120 Диск с алмазами в никелевой основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 120.	Шлифование материалов с твердостью >150 HV. Например: черные металлы, бетон, керамика.	Заменяет 200 листов SiC-бумаги.
MD-Primo 120 Диск с частицами SiC в смоляной основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 120.	Выравнивание поверхности материалов с твердостью 40-250 HV. Например: цветные металлы и мягкие материалы.	Заменяет 100 листов SiC-бумаги.
MD-Primo 220 Диск с частицами SiC в смоляной основе. Поверхность сопоставима с SiC-бумагой зернистостью 220.	Выравнивание поверхности материалов с твердостью 40-250 HV. Например: цветные металлы и мягкие материалы.	Заменяет 100 листов SiC-бумаги.
MD-Largo Композитный диск. Используется с алмазной суспензией.	Тонкое шлифование материалов с твердостью 40-150 HV. Например: цветные металлы и мягкие материалы.	Заменяет 900-1000 листов SiC-бумаги.
MD-Allegro Композитный диск. Используется с алмазной суспензией.	Тонкое шлифование материалов с твердостью >150 HV. Например: черные металлы, бетон, керамика.	Заменяет 900-1000 листов SiC-бумаги.

Таблица 17
Выбор сукна для полирования

Сукно	Описание	Применение	Размер абразива	Упругость	Твердость
MD-Plan	Тканый полиэстер	Тонкое шлифование мягких материалов. Предварительное полирование твердых материалов.	15-3 мкм	Очень низкая	Средняя
MD-Pan	Нетканый технический текстиль	Тонкое шлифование мягких материалов. Предварительное полирование твердых и хрупких материалов.	15-3 мкм	Очень низкая	Средняя
MD-Sat	Тканое ацетатное волокно	Тонкое шлифование и полирование черных и цветных металлов, покрытий и пластмасс.	9-1 мкм	Средняя	Средняя
MD-Dur	Атласный тканый шелк	Тонкое шлифование и полирование черных и цветных металлов, покрытий и пластмасс.	9-1 мкм	Средняя	Средняя
MD-Dac	Атласное ацетатное волокно	Полирование всех материалов.	9-3 мкм	Средняя	Низкая
MD-Moi	Тканая тафта 100% шерсть	Полирование черных и цветных металлов, полимеров.	≤3 мкм	Высокая	Низкая

Таблица 17
(продолжение)

Сукно	Описание	Применение	Размер абразива	Упругость	Твердость
MD-Plus	Синтетический ворс	Одношаговое полирование спеченных карбидов и сталей.	≤3 мкм	Высокая	Низкая
MD-Floc	Синтетический ворс	Полирование всех материалов.	≤3 мкм	Очень высокая	Очень низкая
MD-Nap	Короткий синтетический ворс	Финишное полирование всех материалов.	≤1 мкм	Очень высокая	Очень низкая
MD-Chem	Пористый неопрен	Финишное полирование всех материалов.	0,04 мкм	Высокая	Средняя

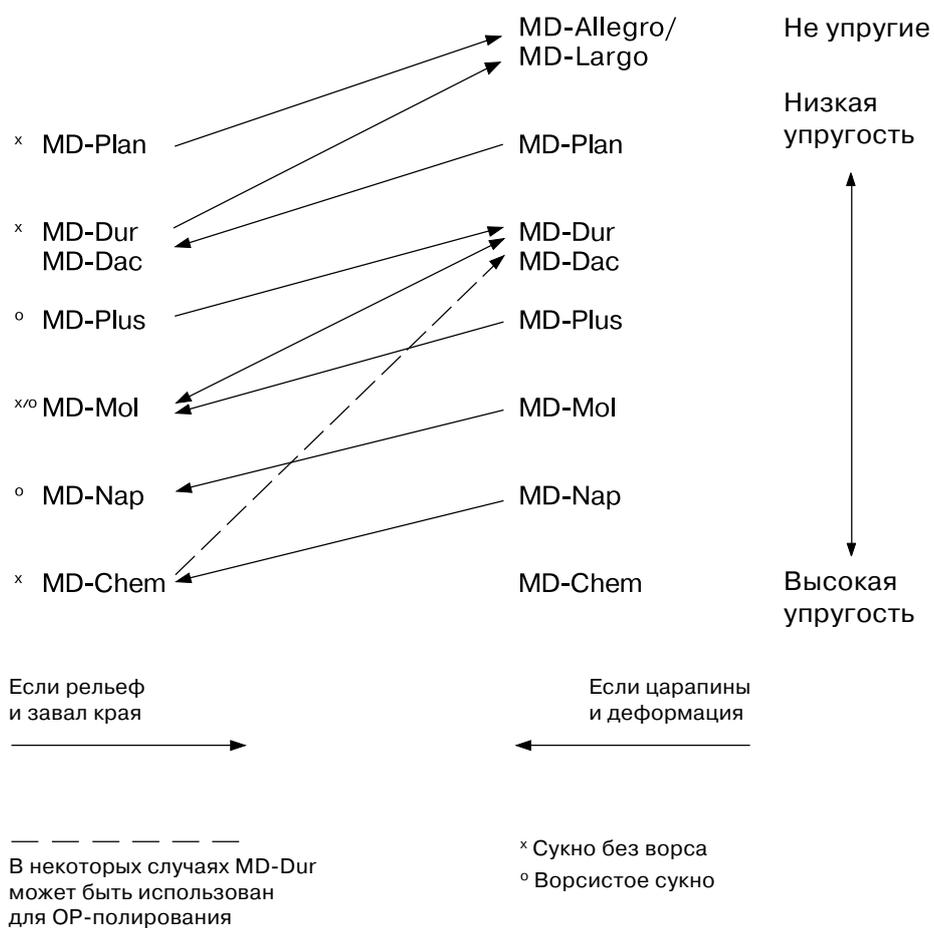


Рис. 5.52
Взаимозаменяемость шлифовальных и полировальных дисков.

5.8 ОСНОВНЫЕ ДЕФЕКТЫ ПРИ ПОДГОТОВКЕ ОБРАЗЦОВ

Этот раздел является пособием для получения наилучших результатов подготовки. Здесь представлены наиболее часто встречающиеся дефекты и рассмотрены способы их устранения. Чтобы упростить эти инструкции, мы будем использовать стандартную терминологию, которая будет определена в начале каждого раздела.

ЦАРАПИНЫ

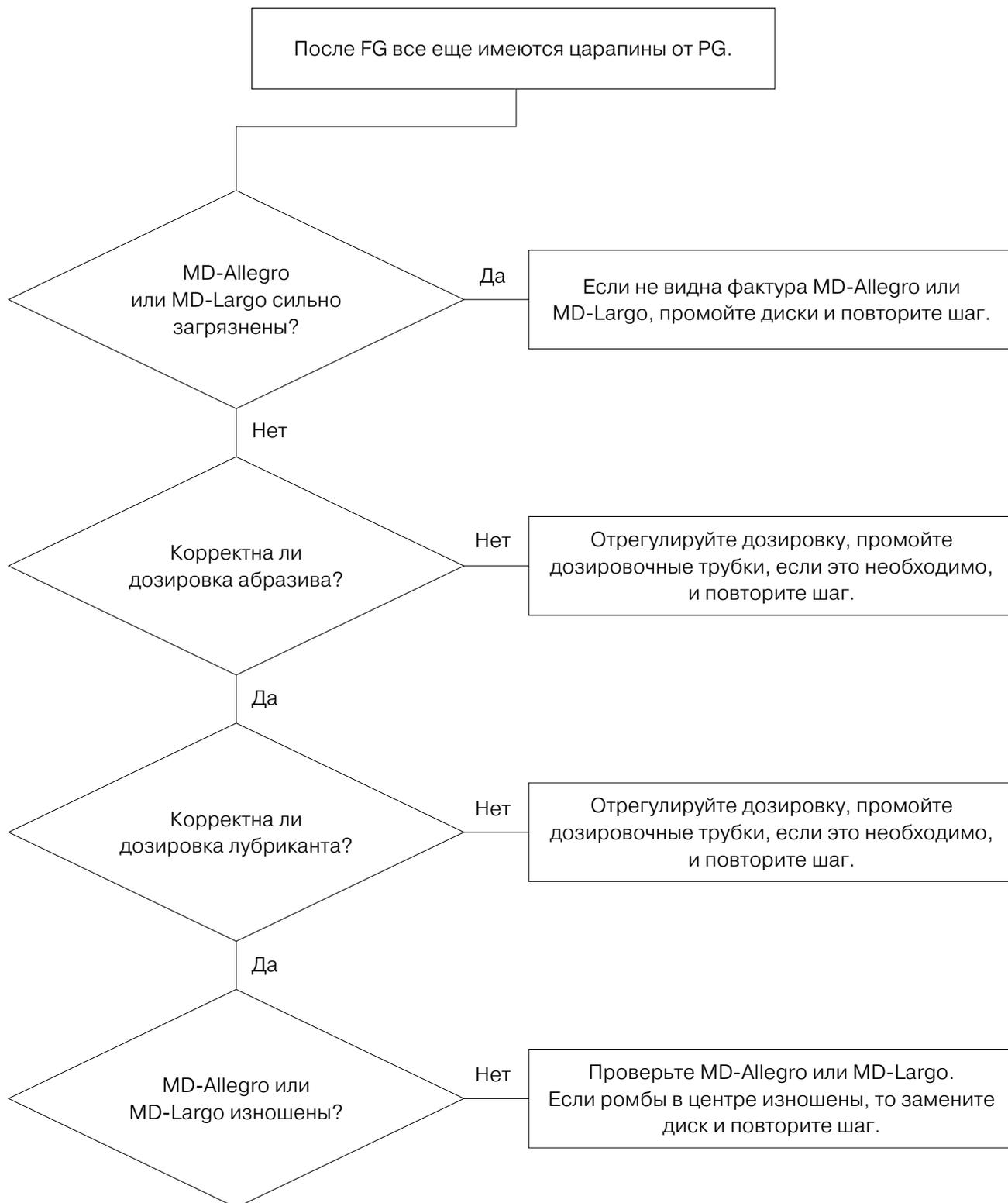
- Царапины – это углубления на поверхности образца, оставляемые абразивными частицами.
- Убедитесь, что после PG поверхность всех образцов в держателе имеет одинаковое состояние.
- При необходимости повторите PG.
- Тщательно промывайте образцы и держатель после каждого шага во избежание попадания на шлифовальные/полировальные диски более крупных абразивных частиц от предыдущего шага.
- В случае если царапины от предыдущего шага не исчезают, увеличьте время обработки на 25-50%. Если это не даст результатов, то используйте приведенную ниже блок-схему.



Рис. 5.53
После FG видны царапины от PG 200х.



Рис. 5.54
После алмазного полирования царапины от FG не исчезли. Очень глубокая вертикальная царапина, возможно, осталась после PG 200х.



Продолжение на следующей странице.



ДЕФОРМАЦИЯ

Существуют два типа деформации: упругая и пластическая. Упругая деформация исчезает, когда снимается приложенная нагрузка. Пластическая деформация обычно возникает после шлифования, притирки или полирования. Наличие остаточной пластической деформации может быть определено после травления образца.

Далее представлены деформации, возникшие в процессе подготовки. Другие виды деформации, полученные от предыдущих обработок материала, не рассматриваются, так как не могут быть изменены или уменьшены при изменении метода подготовки.

- Деформация – это дефект, который в первую очередь проявляется после травления образца.
- Если предполагаемые линии деформации видны в светлом поле на нетравленном участке, см. раздел «Царапины».

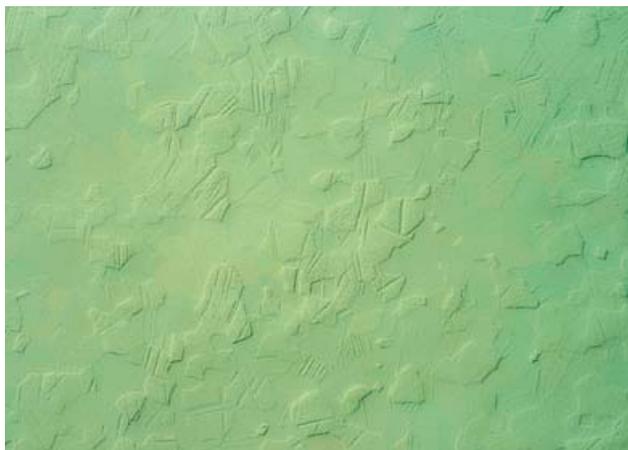


Рис. 5.55
Короткие линии деформации, распространяющиеся в пределах отдельных зерен 100x, DIC.

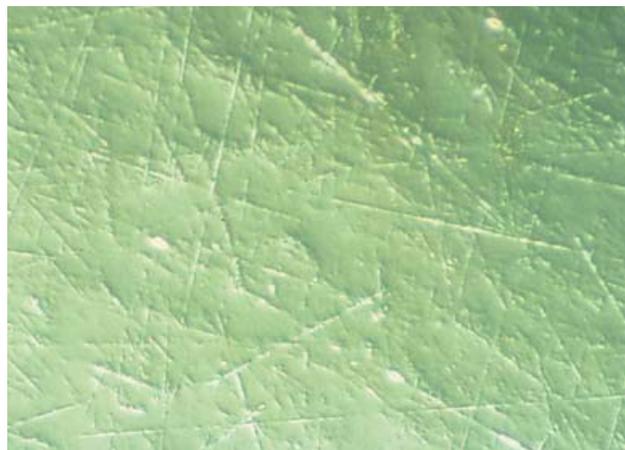


Рис. 5.56
Четкие линии деформации 200x, DIC.

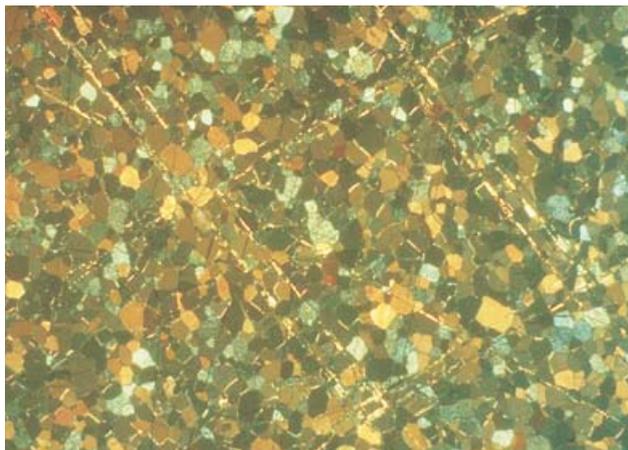
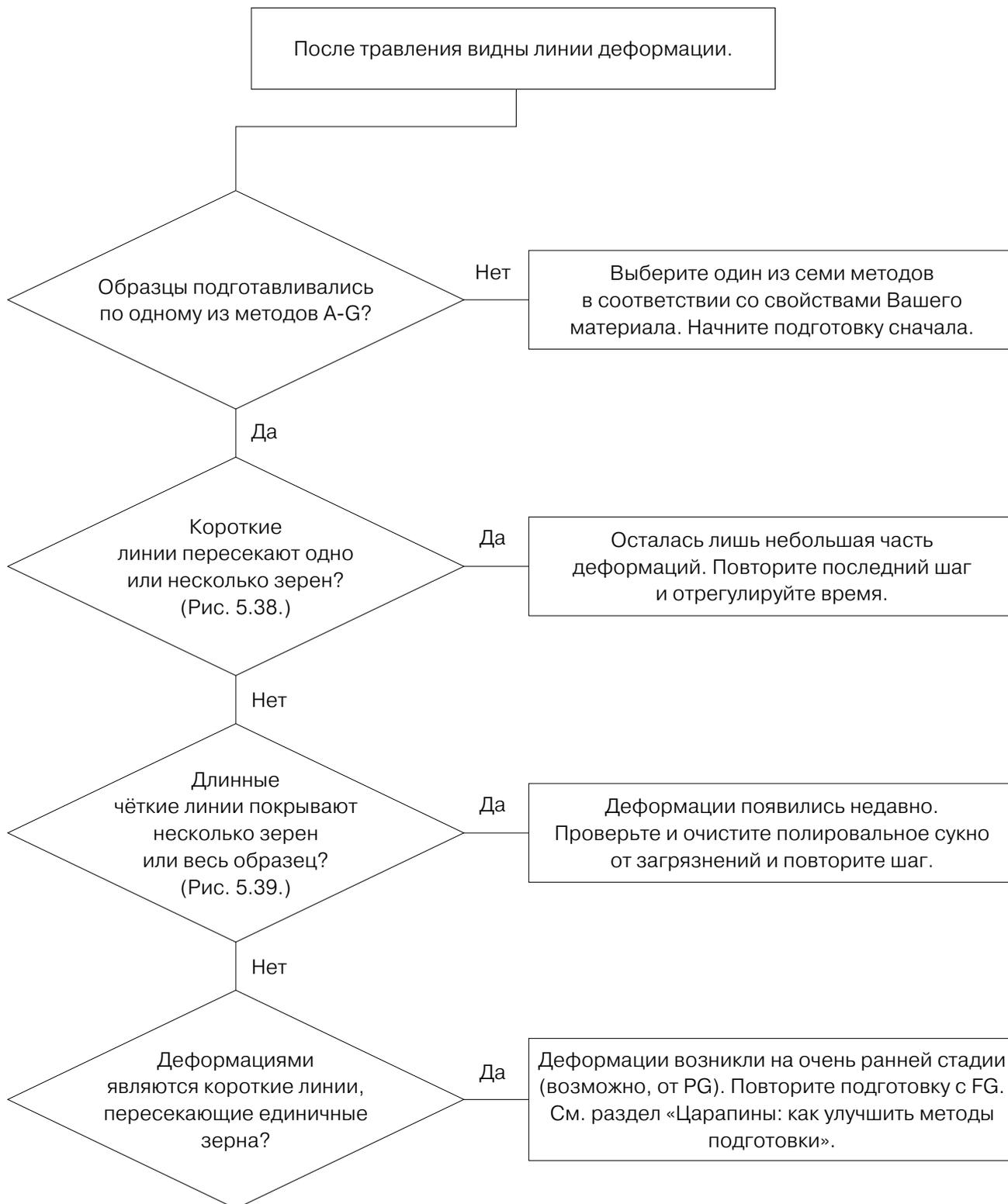


Рис. 5.57
Прямолинейные прерывающиеся линии деформации 500x, поляризованный свет.



СМАЗЫВАНИЕ

Пластическая деформация большого участка поверхности образца называется смазыванием. Вместо того, чтобы быть удаленным с поверхности образца, материал вдавливается и движется по поверхности образца. Смазывание происходит из-за неправильного использования абразива, лубриканта, полировального сукна или комбинации этих факторов. Ниже приведены три возможных способа избежать смазывания:

- Лубрикант: смазывание часто происходит из-за малого количества используемого лубриканта. Проверьте уровень дозирования лубриканта и, если нужно, увеличьте его.
- Полировальное сукно: по причине высокой упругости сукна абразив может слишком глубоко внедриться в сукно и не удалять материал с поверхности образца. Используйте сукно с более низкой упругостью.
- Абразив: размер алмазных частиц может быть слишком мал. Частицы не могут проникать глубоко в материал и, как следствие, не могут его удалить с поверхности образца. Используйте больший размер абразивных частиц.

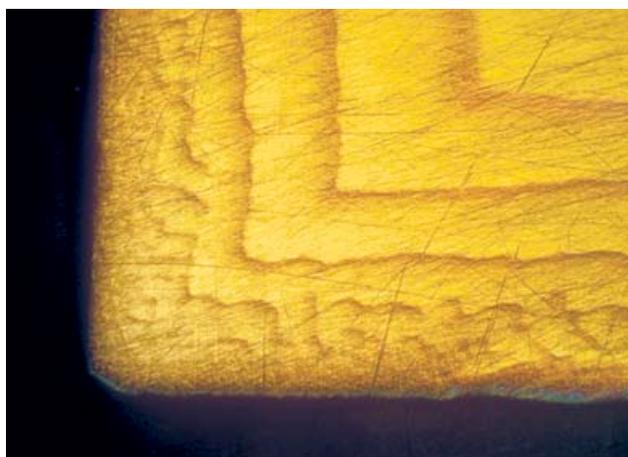


Рис. 5.58
Смазывание мягкой пластичной стали.
15x, DIC.

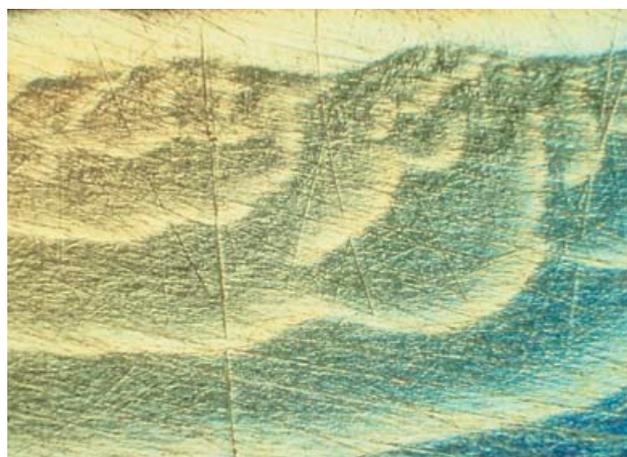
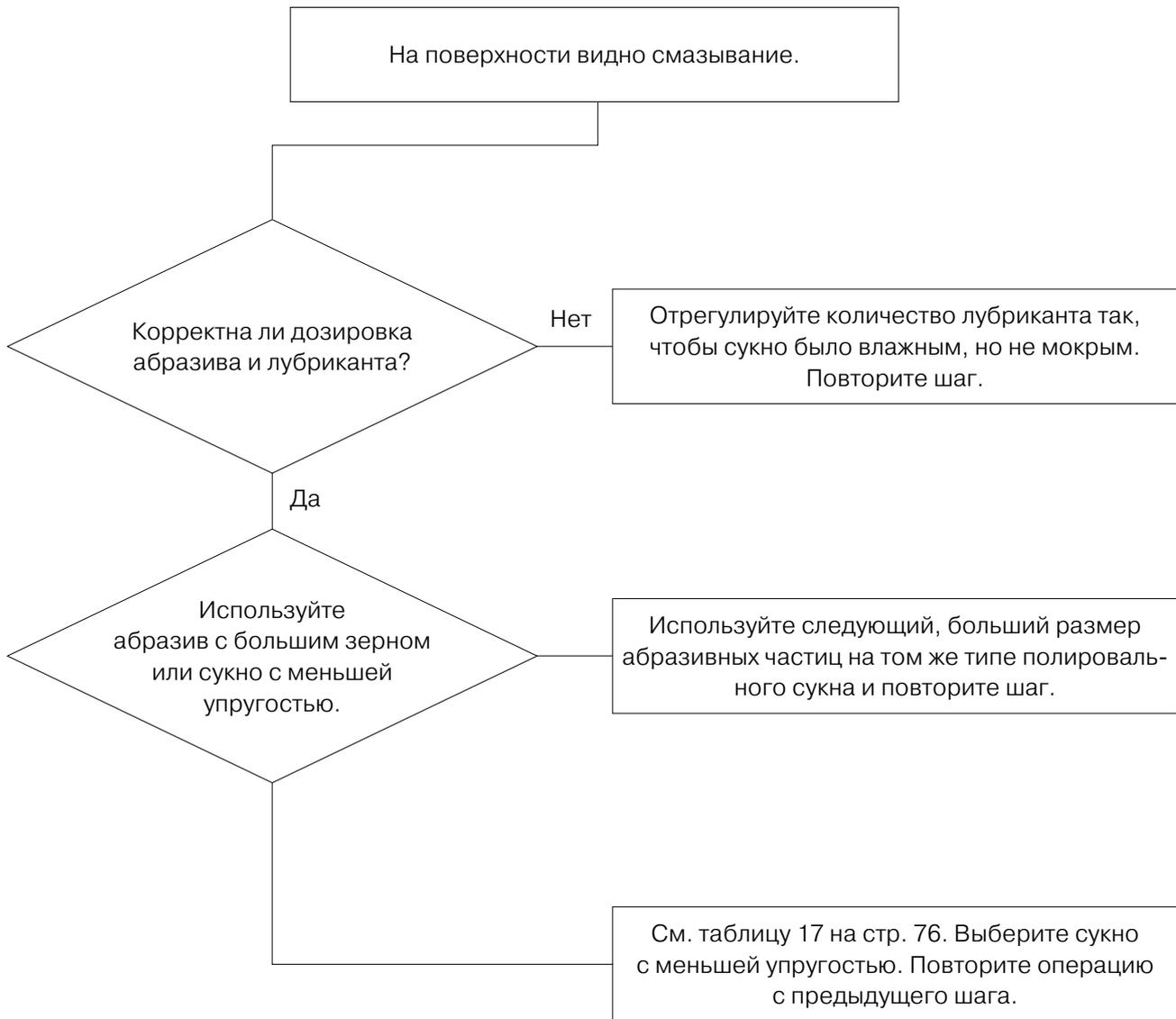


Рис. 5.59
Смазывание мягкой пластичной стали.
25x, DIC.



ЗАВАЛ КРАЯ

Использование полировального сукна с высокой упругостью может привести к удалению материала как с поверхности образца, так и с его краев. Такой эффект называется «заваливанием» края. В залитых образцах этот дефект может проявляться по причине большего удаления смолы, чем материала образца. Для получения более подробной информации перейдите в раздел «Динамика процесса полирования».

- Проверьте образец после каждого этапа подготовки, чтобы видеть, когда образовался дефект.
- Если по каким-либо причинам образец не может быть запрессован, то используйте приведенные ниже советы для лучшего удержания края образца.

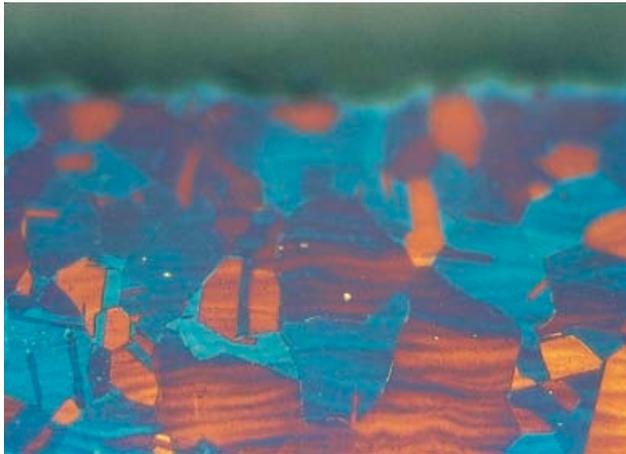


Рис. 5.60
Вдоль границы смолы и образца наблюдается завал края. 500х.

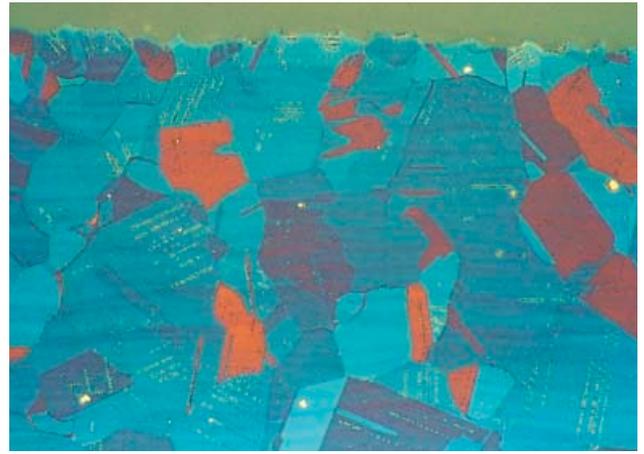
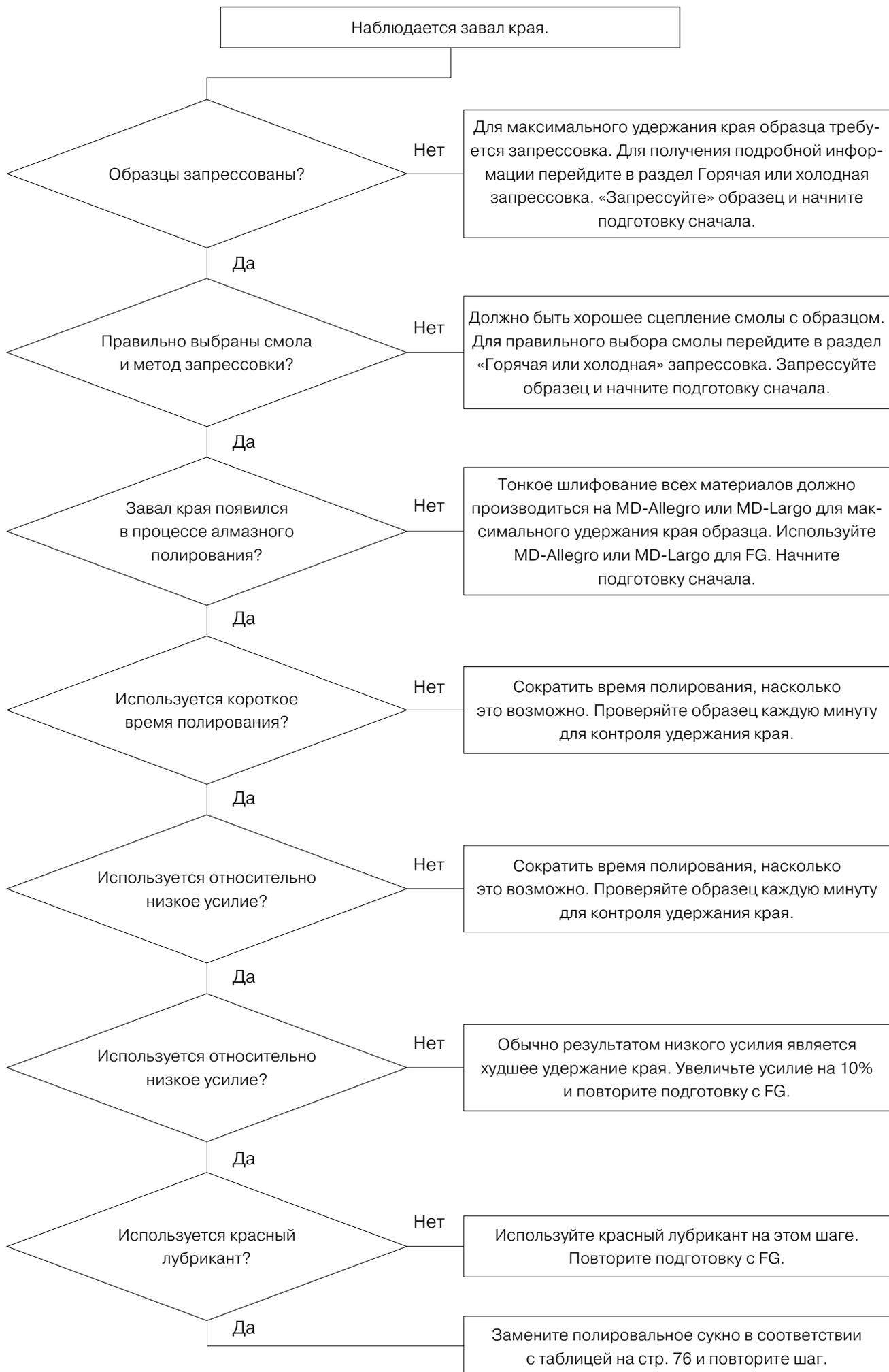


Рис. 5.61
Хорошее удержание края.
Нержавеющая сталь, 500х.



РЕЛЬЕФ

Материал различных фаз обычно удаляется с различной скоростью из-за различия в твердости или износостойкости каждой фазы.

Рельеф обычно возникает при полировании. Однако для обеспечения наилучших начальных условий следует использовать диски MD-Largo для тонкого шлифования материалов с твердостью ниже 150 HV и MD-Allegro для материалов с твердостью выше 150 HV.

- MD-Allegro будет давать наилучшую плоскостность образца.
- Наиболее важные факторы для появления рельефа – время подготовки и тип полировального сукна.
- Время подготовки должно быть минимальным. При разработке нового метода подготовки образцы должны контролироваться через короткие промежутки времени (1-2 минуты).
- Полировальное сукно оказывает большое влияние на плоскостность образца. Использование полировального сукна с низкой упругостью позволяет получить меньший рельеф, чем сукно с высокой упругостью.
- Перейдите в раздел «Завал края» для корректировки параметров подготовки.
- Во избежание рельефа поверхностных слоев и покрытий рекомендуется использовать запрессовку. Для получения более подробной информации перейдите в раздел «Запрессовка».

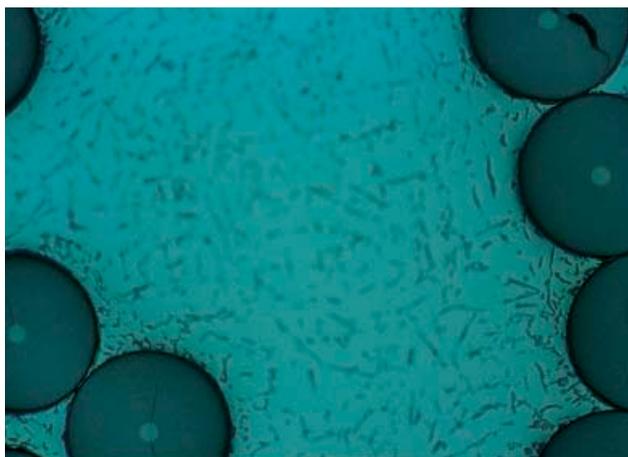


Рис. 5.62
Волокна В4С в AISi, рельеф между волокнами
и основным материалом, 200х.

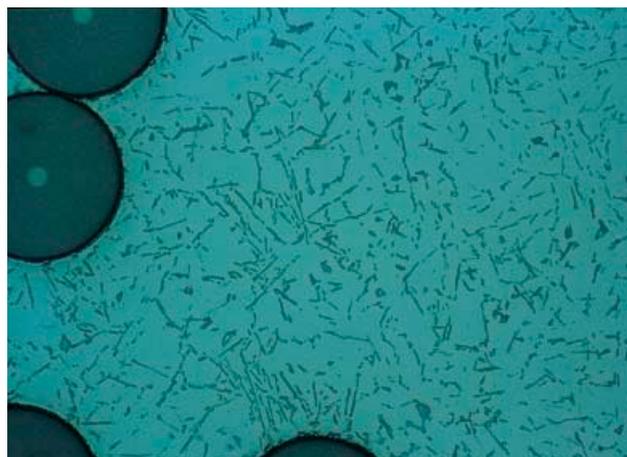


Рис. 5.63
Тот же материал без рельефа, 200х.

ВЫБОИНЫ

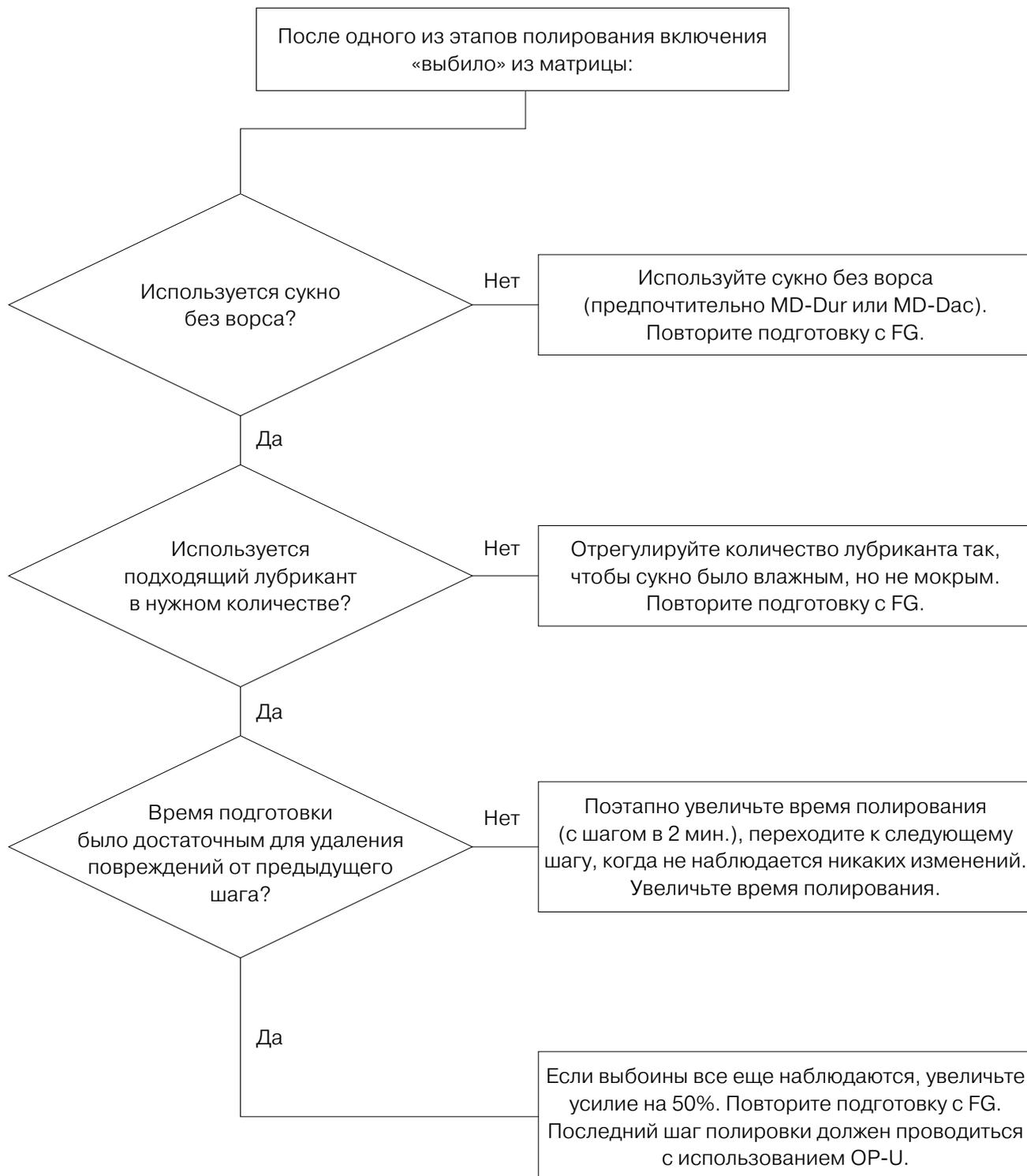
Выбоины – это впадины, оставленные от частиц, вырванных абразивом из материала образца в процессе шлифовки. В результате на поверхности образца наблюдаются темные пятна или небольшие отверстия. Этот дефект характерен для твердых и хрупких материалов или материалов с включениями. Твердые или хрупкие материалы не деформируются пластически, и в результате этого небольшие частички материала скалываются и выпадают под воздействием полировального сукна.

Включения могут быть хрупкими или иметь параметры теплового расширения, отличные от параметров матрицы. В таком случае поврежденные включения будут удаляться сукном с длинным ворсом. Графит также может выпадать в результате использования сукна с длинным ворсом.

- Будьте внимательны при отрезании и запрессовке, не допускайте чрезмерной нагрузки, которая может повредить образец.
- MD-Largo менее агрессивно, чем MD-Allegro, и должно использоваться для предотвращения выбоин.
- Не используйте большое усилие или крупный абразив при выравнивании поверхности (PG) или тонком шлифовании (FG).
- Разница в размерах между используемыми абразивами не должна быть слишком большой для того, чтобы не увеличивать время подготовки больше необходимого минимума.
- Необходимо использовать сукно без ворса, так как оно не имеет тенденцию «выщипывать» частицы из материала. Сукно без ворса также имеет низкую упругость, что обеспечивает высокое снятие материала.
- Каждый шаг должен удалять повреждения от предыдущего и, в свою очередь, причинять наименьшие повреждения.
- Проверяйте образец после каждого шага, для того чтобы точно определить, на каком этапе появились выбоины.



Рис. 5.64
Можно видеть царапины, нанесенные включениями.
500x, DIC



ПУСТОТЫ

Пустоты – это поры между смолой и образцом. Данный дефект можно наблюдать при проведении исследований под микроскопом. Пустоты могут служить причиной различных дефектов: завал края, загрязнение полировального сукна, проблемы с травлением, окрашивание.

- Вакуумная импрегнация с использованием эпоксидной смолы Eporfix обеспечит наилучший результат.
- Образцы должны быть очищены до запрессовки для их наилучшего удержания в смоле.
- Горячая запрессовка: выбирайте правильно подходящий тип смолы и охлаждайте образцы под давлением в прессе, чтобы избежать возникновения пустот.
- Холодная запрессовка: избегайте высоких температур при застывании. Для больших образцов (≥ 40 мм) используйте дополнительное охлаждение.
- Для устранения данного дефекта иногда возможно повторно подвергнуть образец импрегнации с использованием Eporfix. Аккуратно очистите и высушите образец, поместите его в вакуумную камеру и используйте небольшое количество Eporfix для заполнения пустот. После этого начните процесс подготовки сначала.

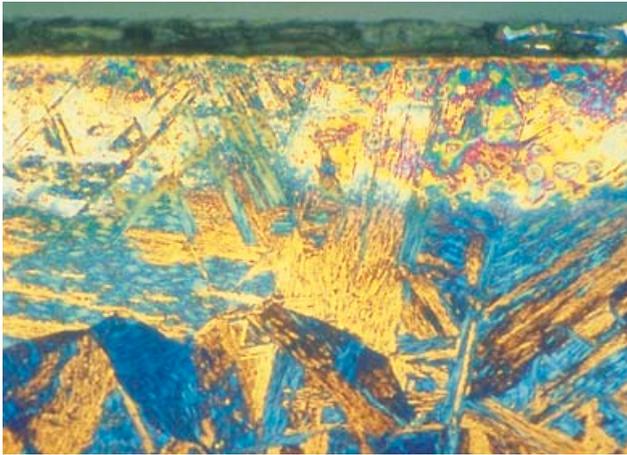


Рис. 5.65
Пустоты между смолой и образцом.
Травление неудовлетворительное. 200х.

ТРЕЩИНЫ

Трещины – разрывы в хрупких материалах и материалах с различными фазами. Это происходит при излишнем давлении на образец в процессе подготовки.

Трещины возникают в хрупких материалах и образцах с различными покрытиями. С такими материалами нужно обращаться очень осторожно на протяжении всего процесса подготовки.

В данном разделе не рассматриваются трещины в пластичных материалах, так как их появление, как правило, происходит до начала подготовки образца к исследованию.

- Отрезание: должен быть выбран соответствующий отрезной круг и низкая скорость резания.
- При разрезании образцов с различными поверхностными слоями отрезной круг должен сначала пройти через слой (слои). В этом случае основной материал будет служить хорошей основой и поддержкой.
- Образец не должен быть поврежден при его закреплении в держатель для разрезания. Если это необходимо, используйте мягкие прокладки между образцом и держателем.
- Запрессовка: для хрупких материалов не следует использовать горячую запрессовку. Вместо этого рекомендуется применять вакуумную импрегнацию. Исключением может являться термопластичная смола ClaroFast, которая может быть использована на CitoPress-10/-20, где она нагревается и размягчается без давления.

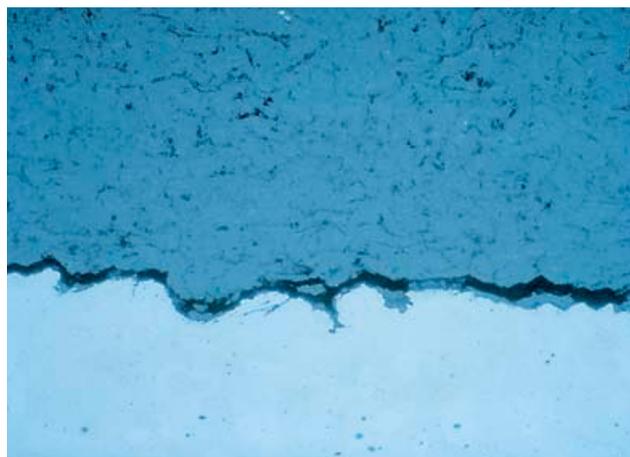


Рис. 5.66
Трещина между плазменным покрытием и подложкой.
Трещина возникла при резке. 500х.

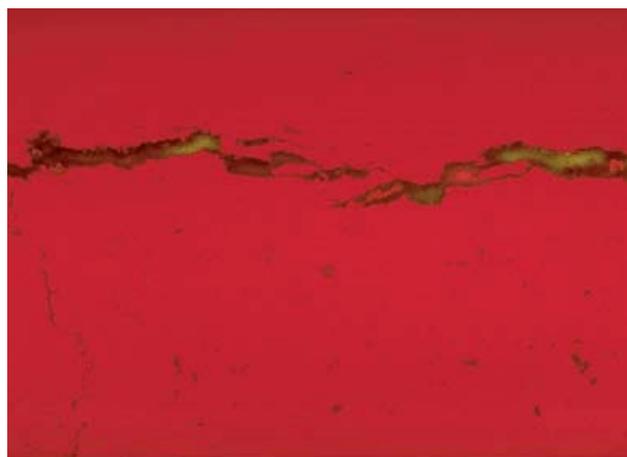


Рис. 5.67
Образец запрессован с использованием эпоксидной смолы и EpoDye в вакууме. Трещина заполнена флуоресцентным красителем EpoDye и возникла до запрессовки. 500х.



ЛОЖНАЯ ПОРИСТОСТЬ

Некоторые материалы имеют натуральную пористость, такие как напыленные покрытия или керамика. В процессе подготовки важно получить истинную структуру, а не ложную картину.

В зависимости от свойств материала можно наблюдать два противоположных эффекта пористости.

Мягкие/Пластичные материалы:

- Мягкие и пластичные материалы легко деформируются, в результате поры могут заполняться «смазанным» материалом, и при исследовании мы будем видеть низкую пористость.
- Твердые и хрупкие материалы больше подвержены разрушению в течение первых шагов подготовки. В этом случае образец может выглядеть более пористым, чем на самом деле.
- В противоположность пластичным материалам, в которых пористость кажется низкой, хрупкие материалы кажутся более пористыми. Такие дефекты должны быть обязательно удалены в процессе подготовки образца к исследованию.



Рис. 5.68
Твердый сплав после 5 мин. полирования на DP-Dur,
3 мкм, 500х.

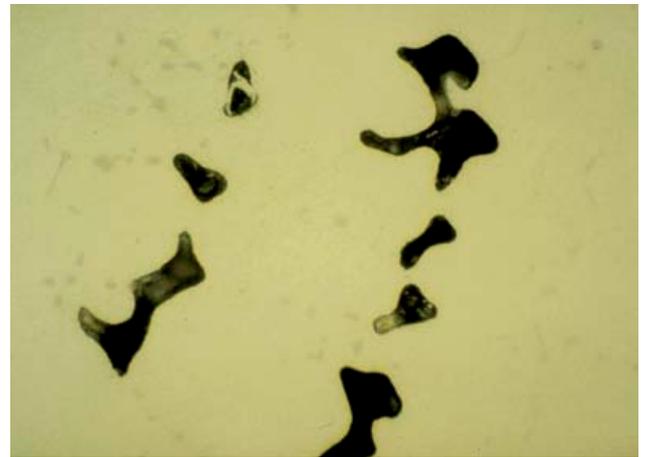


Рис. 5.69
То же, что и на рис. 5.51, после дополнительного
полирования (1 мин.) на MD-Dur, 1 мкм.

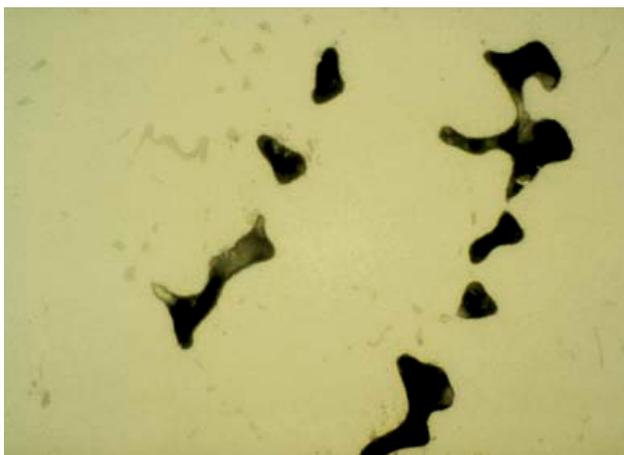
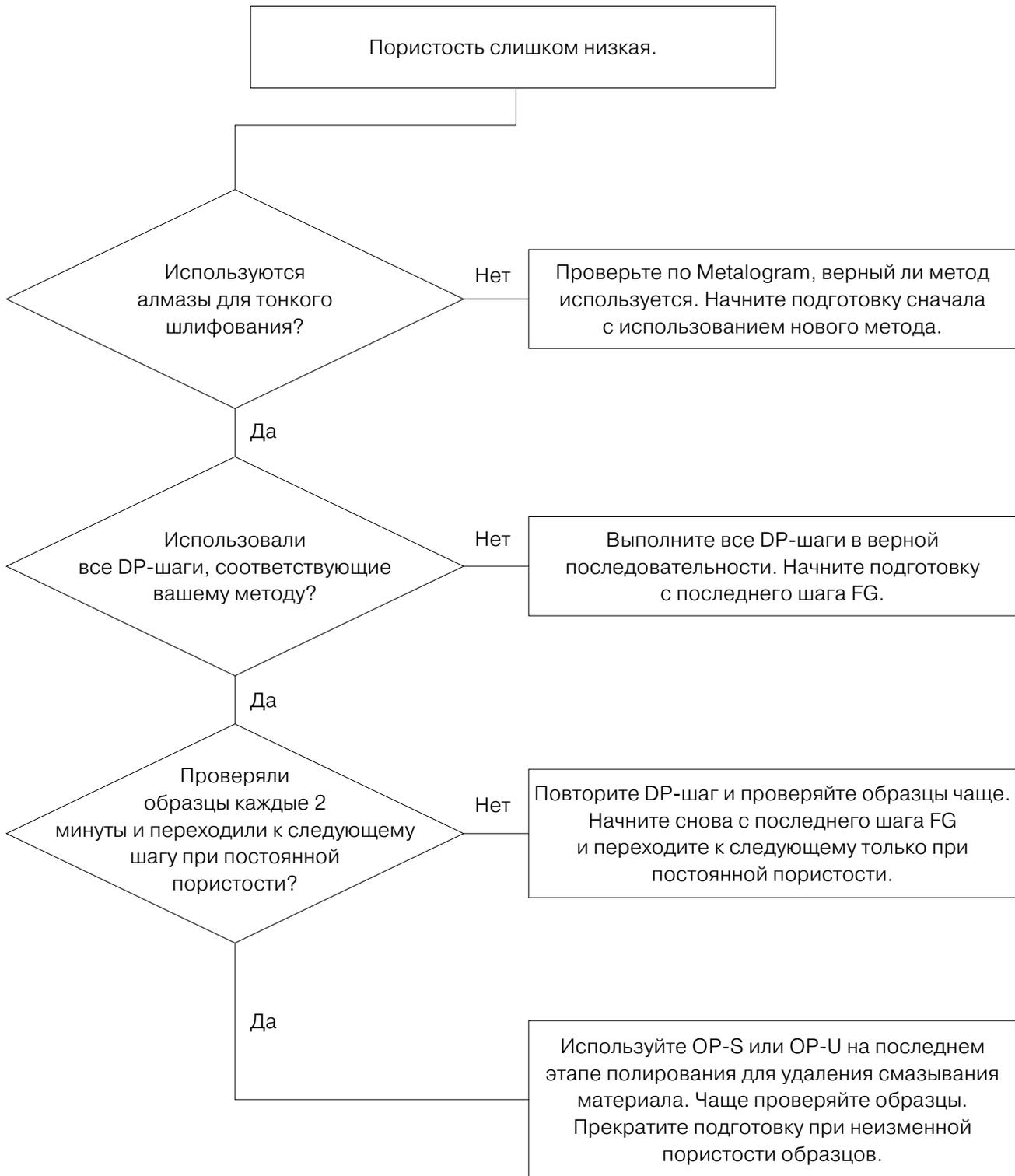


Рис. 5.70
То же, что и на рис. 5.52, после дополнительного
полирования (1 мин.) на MD-Dur, 1 мкм.

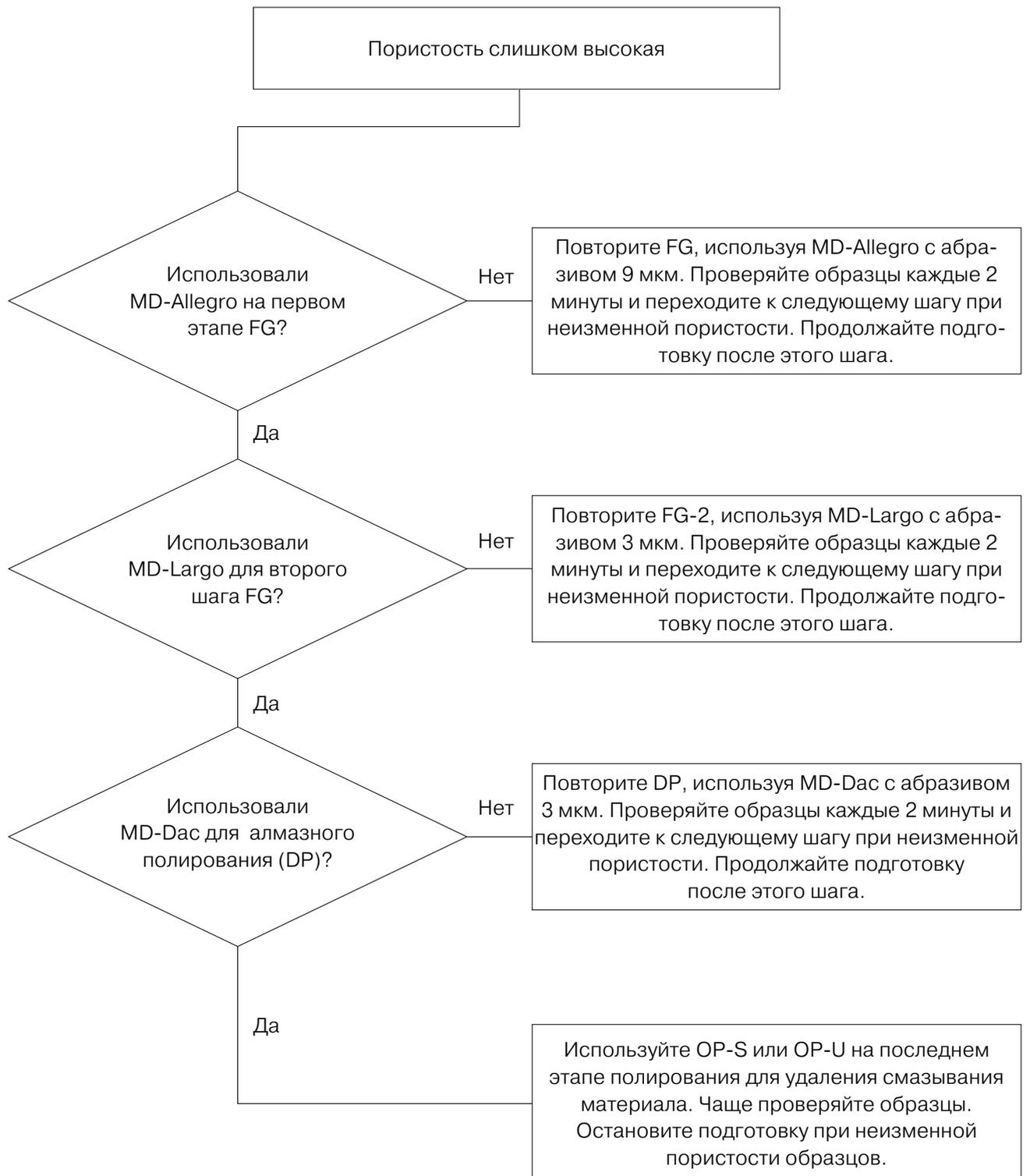


Рис. 5.71
То же, что и на рис. 5.53, после дополнительного полиро-
вания (1 мин.) на MD-Dur, 1 мкм. Истинный результат



Твердые/Хрупкие материалы:

- Для обоих типов материалов необходимо использовать метод F для получения истинной пористости.
- При полировании с использованием алмазов необходимо исследовать образцы каждые 2 минуты. Должна исследоваться одна и та же область, для того чтобы видеть возможные изменения. Можно, например, выделить необходимую площадь с помощью твердомера.
- Переход к следующему шагу подготовки должен производиться в том случае, если на поверхности образца не наблюдается изменений.
- Последним шагом должно служить оксидное полирование с использованием OP-U или OP-S для медленного снятия материала без появления каких-либо новых деформаций.



«ХВОСТЫ КОМЕТ»

«Хвосты комет» берут свое начало от включений или пор, когда движение между образцом и полировальным диском происходит в одном направлении. Из-за характерной формы дефекты получили название «хвосты комет». Для избежания данного дефекта необходимо рассмотреть динамику процесса полирования.



Рис. 5.72
Хвосты комет, 20х, DIC.

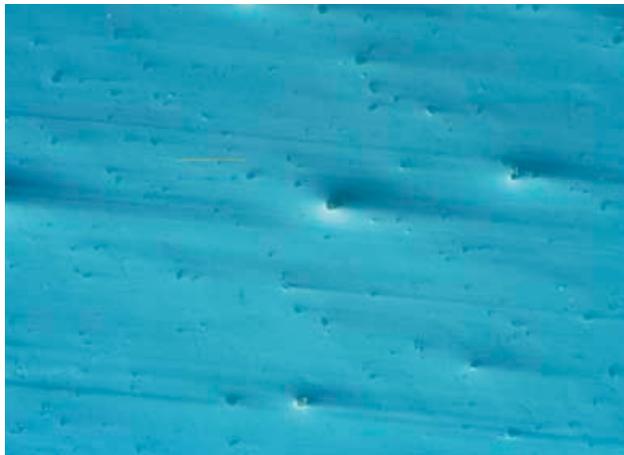


Рис. 5.73
Хвосты комет, 200х, DIC.

ДИНАМИКА ПРОЦЕССА ПОЛИРОВАНИЯ

Существует много факторов, влияющих на процесс полирования образцов для материаловедческого исследования. Очевидно, самыми значительными являются такие параметры, как тип используемого сукна и абразива. В то время как эти два параметра оказывают значительное влияние на процесс полирования, другие важные параметры зачастую не учитываются. Такими параметрами являются движущие силы процесса, т.е. его динамика. Динамика или скорость вращения образца в связи с типом используемого сукна играют огромную роль в получении положительного конечного результата в процессе полирования. Такие дефекты, как «хвосты комет» и завал края могут быть объяснены дисбалансом в динамике процесса.

Специалистами Struers были разработаны оптимальные динамические характеристики процесса полирования. Такая оптимизация позволила значительно унифицировать процесс, используя различные материалы. Специально разработанная компьютерная программа позволила рассчитать корреляцию между скоростью вращения образца и полировального сукна. Данные результаты представлены на графиках (рис. 5.79 и 5.80) в полярных координатах. Данные графики очень наглядны для отслеживания динамики процесса полирования. Дополнительно к расчету корреляции между скоростями программа учитывает изменение скоростей в зависимости от поверхности самого образца. Эта зависимость очень важна для получения высокого качества образца и часто упускается из виду.

Рис. 5.79 и 5.80 отображают динамику двух полировальных машин. Рис. 5.79 отображает идеальные (оптимальные) динамические характеристики. Данная диаграмма показывает, что относительная скорость вращения образца остается постоянной, несмотря на его положение на полировальном сукне.

Рис. 5.80 показывает эффект отклонений от установившихся динамических условий. В данной ситуации зависимость скорости изменяется очень сильно (0,25-1,70 м/с), так как образец движется из центра полировального сукна к его внешнему краю. Причина такого изменения связана с различиями в скорости вращения образцового держателя (24 об/мин) и полировального сукна (125 об/мин).

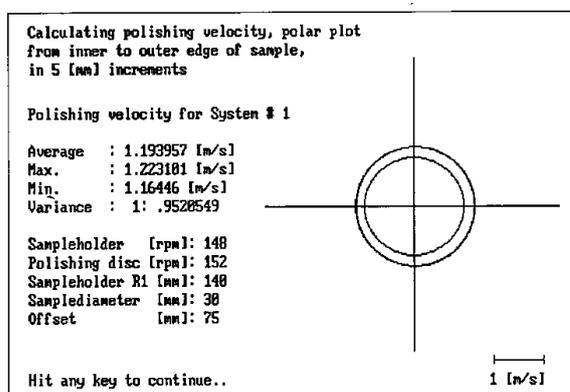


Рис. 5.74
Оптимальные динамические характеристики

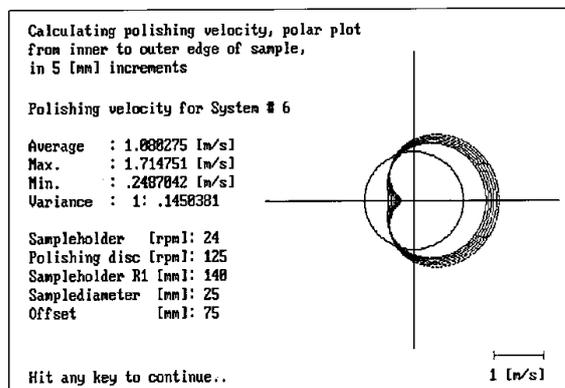


Рис. 5.75
Отклонение динамических характеристик

В идеале для установления оптимальной динамики процесса должны соблюдаться два условия:

- 1) Вращение держателя образцов и полировального сукна должно осуществляться в одном направлении.
- 2) Скорость вращения держателя образцов и полировального сукна должна быть одинаковой.

Оптимизация динамики процесса полирования обеспечит получение истинной микроструктуры образцов после подготовки и позволит избежать возникновения таких дефектов, как «хвосты комет», выбоины и завал края.

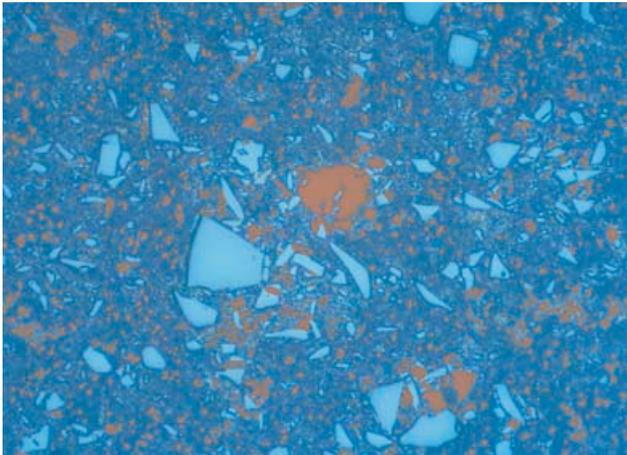
ЗАГРЯЗНЕНИЕ

Загрязнение – это материал, отличный от материала образца, который нанесен на поверхность образца в процессе шлифования или полирования.

Загрязнение возникает на всех материалах. В процессе полирования частицы материала, оставшиеся от предыдущей подготовки, осаждаются на поверхности образца. Эти загрязнения можно увидеть при помощи микроскопа.

Во избежание загрязнений убедитесь, что диски хранятся в изолированных друг от друга и внешней среды отделениях.

Если есть сомнения в происхождении каких-либо частиц или фаз на поверхности образца, то необходимо почистить полировальное сукно и повторить подготовку, начиная с шага шлифования.



*Рис. 5.76
Медь от предыдущей подготовки попала на поверхность
образца, 200х.*

ВНЕДРЕНИЕ АБРАЗИВА

Частицы абразива, внедренные в поверхность образца.

Иногда при подготовке мягких материалов абразив может внедряться в поверхность образца. Это происходит по следующим причинам: используется слишком мелкий размер абразивных частиц, шлифовальный диск или полировальное сукно имеют слишком низкую упругость, лубрикант имеет слишком низкую вязкость. Часто имеет место комбинация этих факторов.

- При выравнивании поверхности на MD-Primo 120 абразивные частицы могут внедряться в мягкие материалы. Следующий шаг выравнивания поверхности – MD-Primo 220 с последующим тонким шлифованием на MD-Largo. Внедренные частицы должны быть удалены на последнем шаге шлифования.
- Не следует применять MD-Allegro для материалов с твердостью менее чем 150 HV. Используйте MD-Largo вместо MD-Allegro.
- При полировании мягких материалов используйте абразив размером 3 мкм и меньше с сукном с высокой упругостью.

На завершающих шагах полирования с использованием мелкого абразива должен использоваться красный лубрикант, имеющий высокую вязкость.

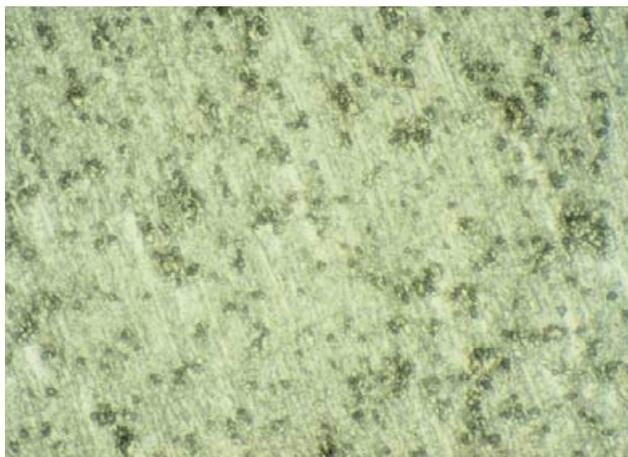


Рис. 5.77
Алюминий после полирования с абразивом 3 мкм на сукне с низкой упругостью. 500х.

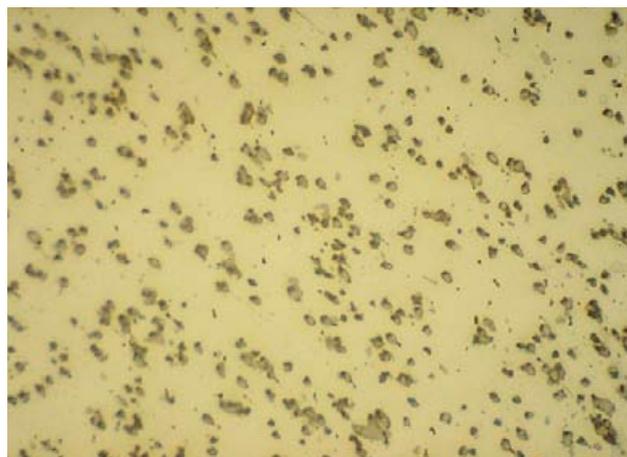
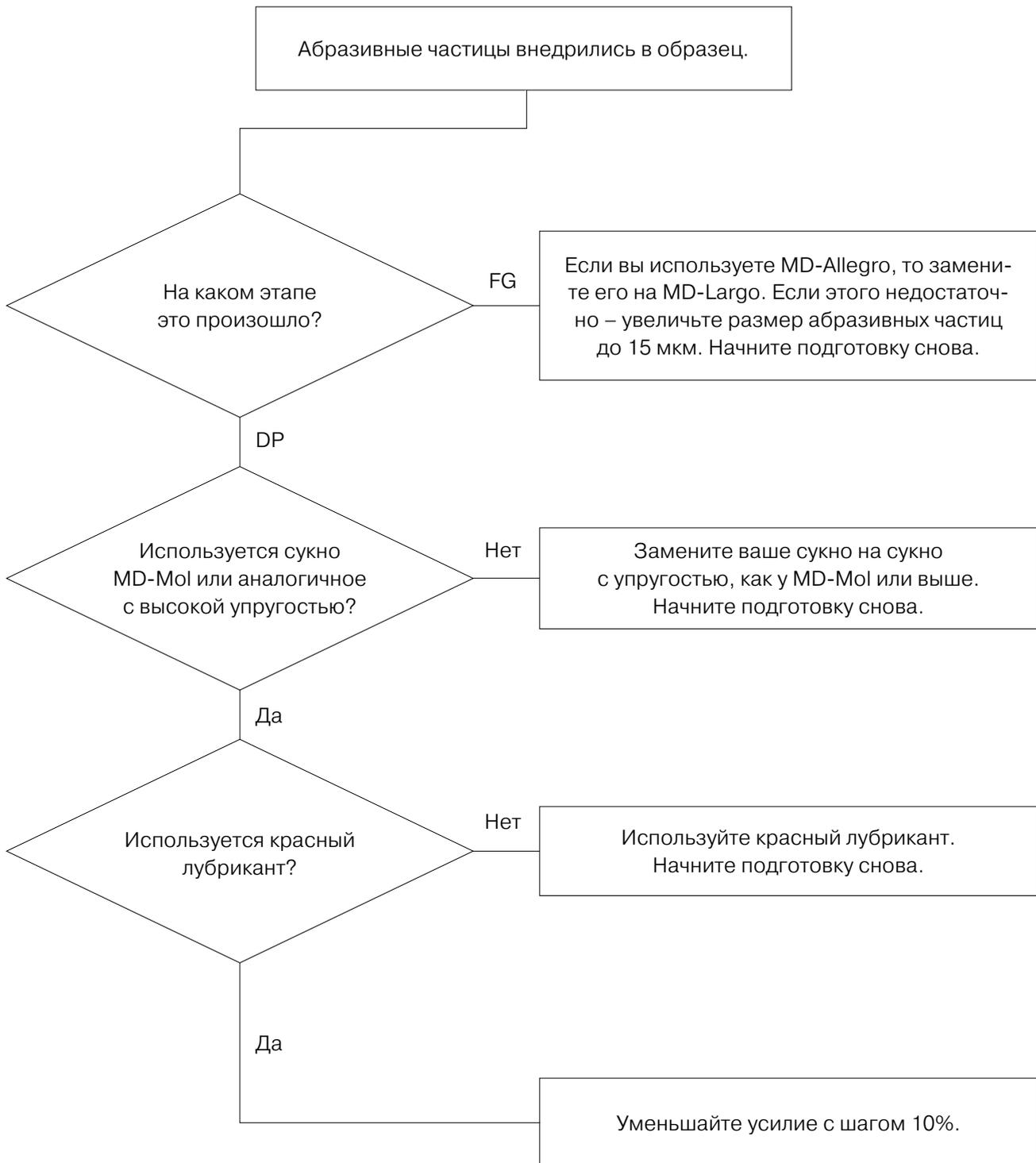


Рис. 5.78
То же, но после конечного полирования. Большинство алмазов все еще в образце. 500х.



ЛИНИИ ИСТИРАНИЯ

Линии истирания – это углубления на поверхности образца, оставленные свободно перемещающимися абразивными частицами по твердой поверхности. Это не царапины от срезания материала. Напротив, это следы от частиц, которые свободно перемещаются по поверхности, не удаляя при этом материала образца.

В том случае, если абразивная частица не удерживается на диске, то в момент прохождения через нее образца она начинает свободно перемещаться. Вместо удаления, снятия материала, частица давит на материал образца, создавая глубокие деформации и выбивая мелкие частички материала с поверхности.

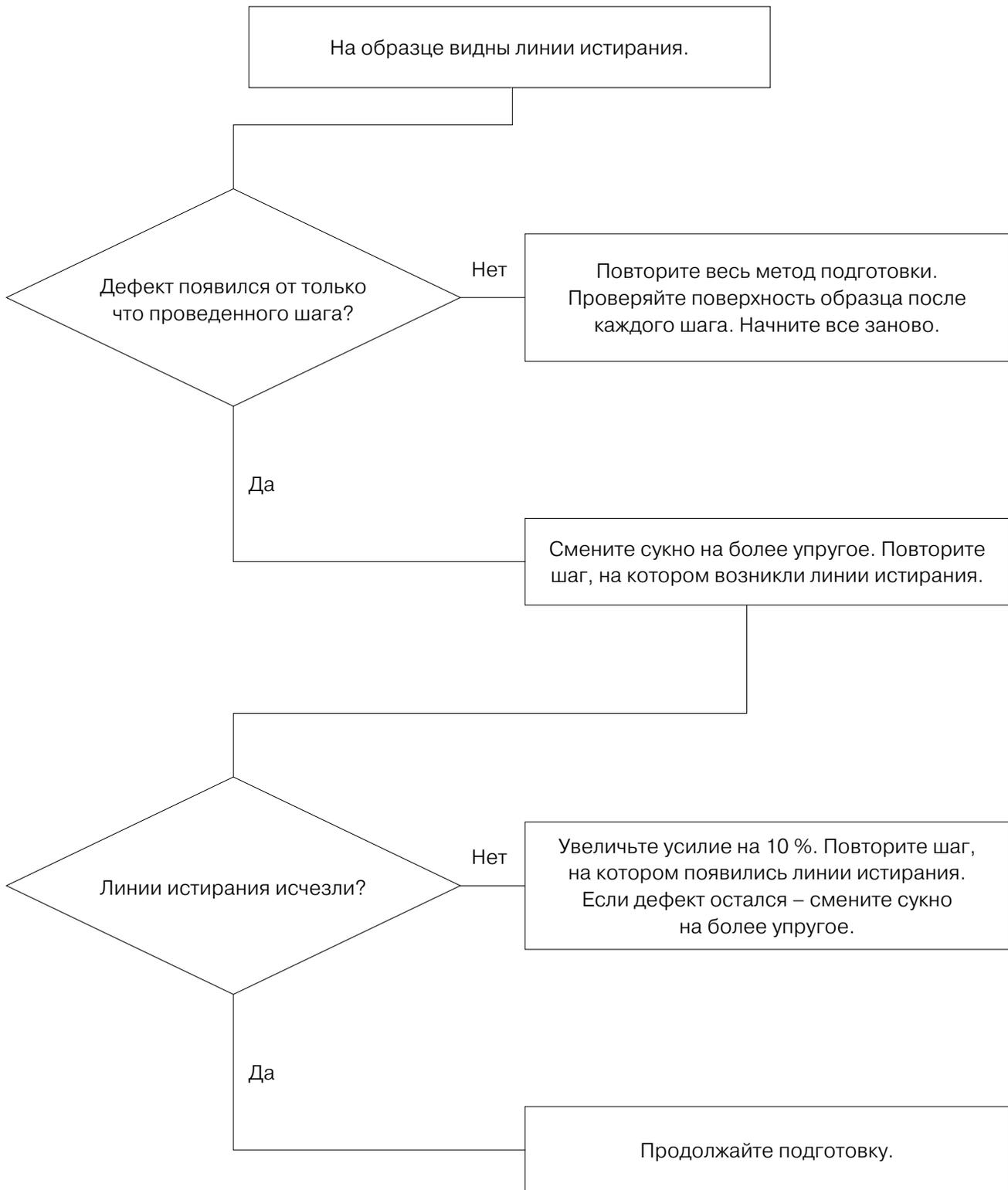
Линии истирания могут возникать как при шлифовании, так и при полировании. Причинами возникновения линий истирания могут быть: некорректно выбранный шлифовальный/полировальный диск или неправильно заданное усилие.



Рис. 5.79
Линии истирания на циркониевом сплаве: хорошо видны линии от абразивных частиц по направлению вращения диска. 200x.



Рис. 5.80
Линии истирания после конечного полирования. Все еще видны большие углубления, также видны деформации, сопровождающие линии истирания. Чистый тантал. 500x, DIC.



ОКРАШИВАНИЕ

Окрашивание – это изменение цвета поверхности образца, происходящее обычно при контакте с инородным материалом. Окрашивание часто происходит после промывки или травления образца.

- Когда имеют место несплошности между образцом и смолой, то вода, спирт или кислота, используемые для травления, могут вытекать из этого пространства на поверхность образца или даже на микроскоп. Образец будет обесцвечен, и исследования будут затруднены или даже невозможны.
- Мойте и сушите образцы сразу же после каждого шага подготовки.
- Старайтесь не использовать сжатый воздух при сушке образцов после конечного шага полирования, так как сжатый воздух может содержать масла или воду.
- После оксидного полирования возможно образование белой пленки на поверхности образца. Это происходит из-за недостаточной промывки образца.

В течение последних десяти секунд оксидного полирования подавайте на сукно воду для его промывки и очистки образцов от суспензии.

- Не используйте горячую воду для промывки образцов, так как она более агрессивна, чем холодная, и последующее травление будет усилено.
- Никогда не храните образцы при нормальных комнатных условиях, так как влажность может их повредить. Храните образцы в сушильном шкафу, если хотите их сохранить.

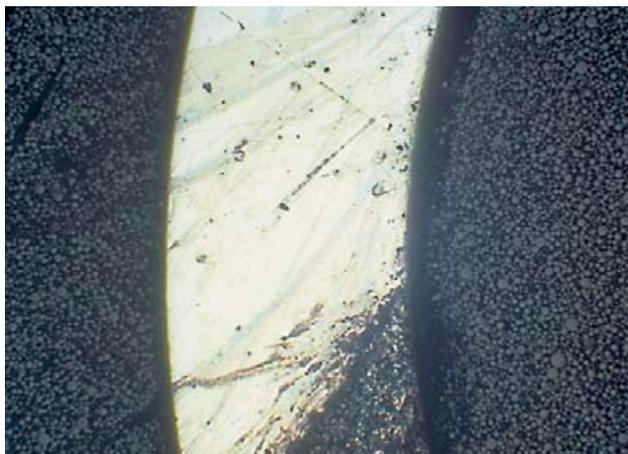
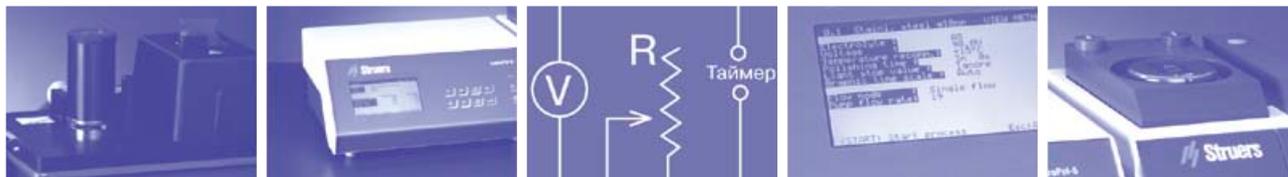


Рис. 5.81
Окрашивание поверхности. Причина – наличие несплошности между смолой и образцом. 20х.



6. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ПОДГОТОВКИ

Электрохимические методы обработки применяются для снятия тонких слоев металла при изучении остаточных напряжений, для удаления наклепанного слоя после процессов механической обработки, при утонении образцов для просвечивающей электронной микроскопии, а в некоторых случаях и для выявления структуры металла.

6.1 ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПОДГОТОВКИ И ИСПОЛЬЗУЕМОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Все разновидности электрохимических методов подготовки основаны на использовании процесса электролитического полирования. В основе электрохимической обработки лежат процессы электролиза, т.е. химические превращения на поверхности электродов в среде электролита. Образец является анодом, а катодом служит помещенная в электролит металлическая пластина. Эта пластина изготавливается из металла, не вступающего в реакцию с электролитом (нержавеющая сталь, платина).

Основной принцип электрохимической обработки – это процесс анодного растворения металла образца. В рабочей среде – электролите – молекулы вещества распадаются на электрически заряженные частицы – ионы, каждый из которых переносит один или несколько электрических зарядов, и без внешнего электрического поля ионы в электролите движутся хаотически. При создании между анодом (образцом) и катодом постоянной разности потенциалов (1-100 В) в электролите возникает направленное движение ионов: положительные ионы (катионы) двигаются к катоду, а отрицательные (анионы) – к аноду (образцу). Вблизи электродов постепенно повышается концентрация ионов противоположного знака, и на катоде начинается восстановление катионов, а на аноде – окисление металла, т.е. анодное растворение. При этом на выступах металл растворяется значительно эффективнее, чем во впадинах, что и приводит к снижению шероховатости поверхности.

Электрополирование характеризуется невысокой интенсивностью снятия металла из-за низкой плотности тока на аноде и постепенным замедлением процесса вследствие пассивации анода неэлектропроводными частицами гидроксидов металла и локального обеднения электролита. Для исключения замедления процесса в оборудовании для электрохимической обработки фирмы Struers предусмотрена циркуляция электролита, в результате чего электроды постоянно омываются свежим, не обедненным электролитом. Кроме того, циркуляция также необходима и для охлаждения электролита.

LectroPol-5

- Автоматическая установка для электролитического травления и полирования металлографических образцов.
- Состоит из контрольного блока и внешнего устройства для травления.
- Функция сканирования позволяет легко определять и контролировать все параметры процесса.
- Микропроцессорный контроль со встроенной базой данных на 30 различных методов (10 стандартных и 20 пользовательских методов).
- С LectroPol-5 вы сократите время полирования образцов и достигнете максимальной воспроизводимости результатов.



Рис. 6.1
LectroPol-5

Movipol-5

- Портативная установка электролитического травления и полирования для неразрушающей подготовки поверхностей к исследованиям.
- Процесс электрополирования осуществляется благодаря циркуляции электролита к кончику полировочного карандаша, прижимаемого к обрабатываемой поверхности.
- Система сменных картриджей для быстрой и удобной замены электролитов.
- Перистальтическая помпа для работы в любом положении.
- Автоматический переход в режим экономного потребления энергии.
- Звуковой сигнал завершения процесса.
- Встроенная система безопасности (обратный клапан, датчик наклона, индикатор уровня заполнения картриджа).



Рис. 6.2
Movipol-5

TenuPol-5

- Автоматическая установка для электролитического утонения образцов для просвечивающей электронной микроскопии.
- Со встроенной функцией сканирования параметров процесса и возможностью установки дополнительных параметров для новых материалов.
- Образцы диаметром 2,3 и 3 мм полируются с двух сторон одновременно с целью получения тонкой фольги с отверстием в центре настолько маленьким, насколько это возможно.
- Процесс утонения образцов контролируется с помощью фотоэлемента и автоматически останавливается, как только в образце появляется малейшее отверстие.



Рис. 6.3
TenuPol-5

6.2 ОСНОВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПРОЦЕССА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Основными параметрами процесса, определяющими качество обработки поверхности, являются:

- Состояние и площадь поверхности образца
- Материал образца
- Напряжение
- Плотность тока на аноде
- Состав электролита и его температура
- Скорость циркуляции электролита
- Время

В большинстве случаев электрополирование проводится в установке, устройство которой схематично показано на рис. 6.4.

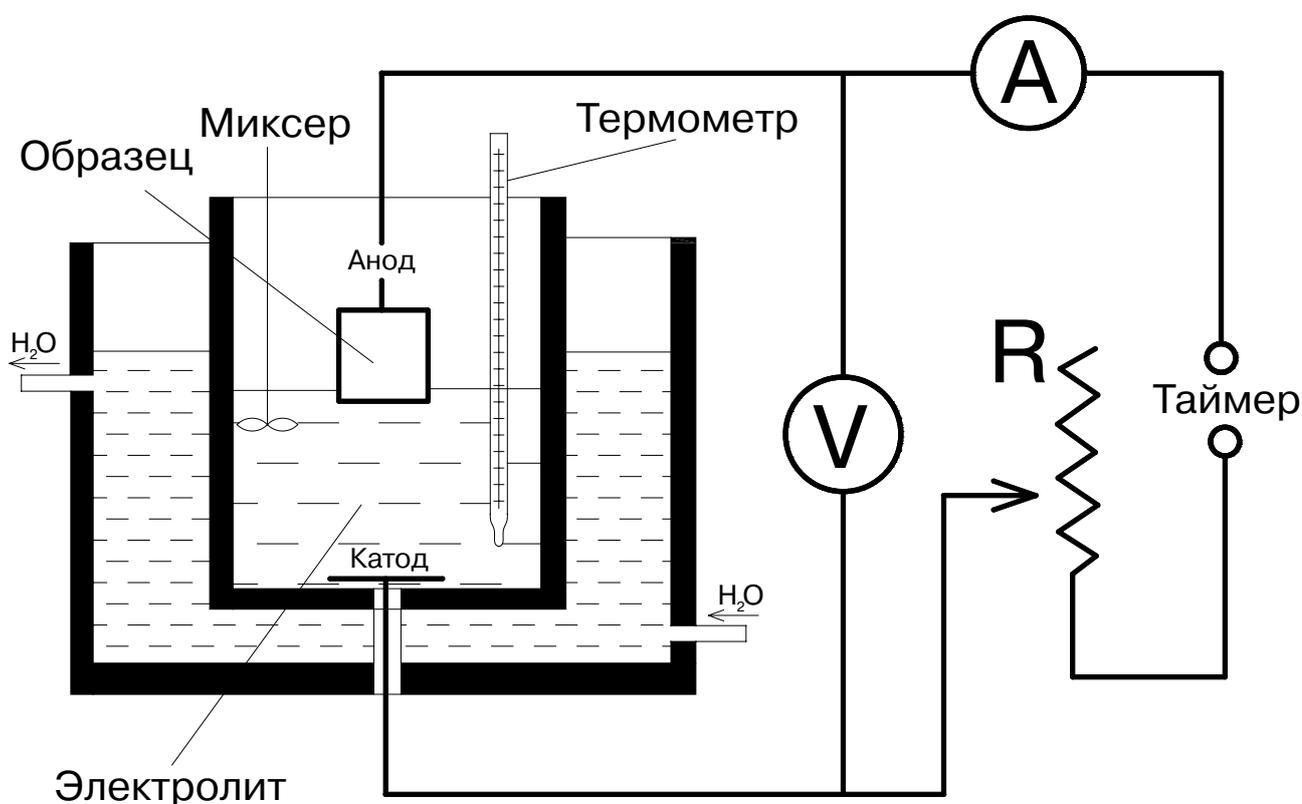


Рис. 6.4
Схема установки для электрохимической обработки

Образец помещается в электролит и выступает в роли анода, термометр служит для контроля температуры, миксер обеспечивает перемешивание и напор электролита, а вода обеспечивает поддержание постоянной температуры электролита. Постоянное напряжение регулируется реостатом (R), измеряется вольтметром (V), сила тока измеряется амперметром (A), а таймером задается время процесса. Для наглядного представления измеренные значения напряжения и силы тока можно представить на графике в виде вольт-амперной кривой. В идеальных условиях эта кривая выглядит так, как показано на рис. 6.5.

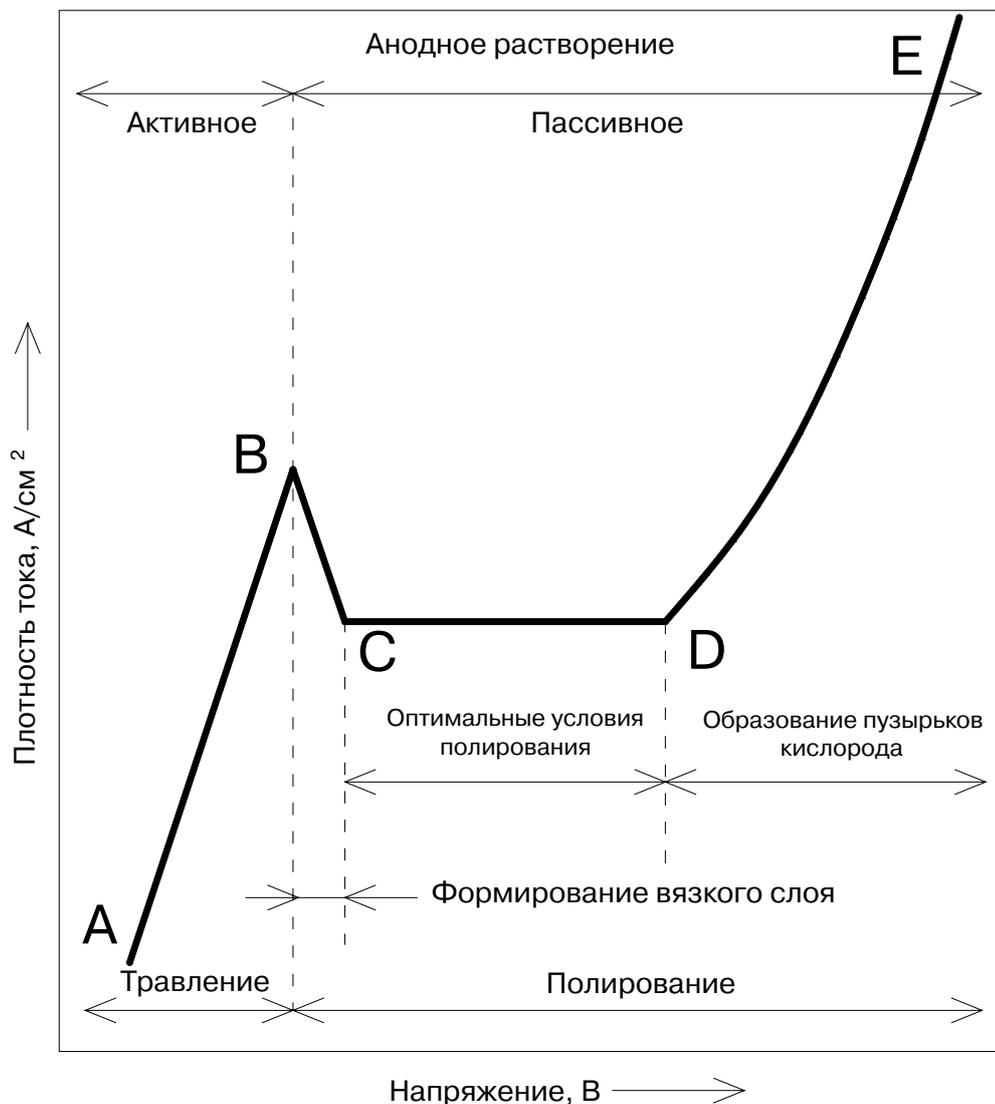


Рис. 6.5.
Идеальная вольт-амперная кривая

Рассмотрим эту кривую. В самом начале процесса электрохимической обработки при изменении напряжения от 0 до значения точки В происходит активное анодное растворение. В точке В формируется вязкий слой электролита (с повышенной концентрацией ионов) и начинается электролитическое травление поверхности образца. Снятие материала при этом очень маленькое. Неустановившийся процесс формирования вязкого слоя продолжается до точки С, в которой напряжение выше (чем в точке В), и процесс становится стабильным. На участке CD сформировавшийся ранее вязкий слой оказывает пассивационный эффект, и устанавливается равновесный процесс полирования поверхности образца. Скорость снятия материала на выступах выше, чем на впадинах. Это объясняется тем, что процесс удаления металла осуществляется путем диффузионного переноса частиц металла через вязкий слой, а расстояние от края слоя до вершины меньше, чем до впадины (см. рис. 6.6 CD а). Это и обеспечивает сглаживание всех неровностей. При увеличении напряжения от точки D до E в электролите образуются пузырьки кислорода, которые нарушают сплошность вязкого слоя, в результате чего на поверхности образца появляется точечная коррозия. Однако вблизи точки D количество пузырьков относительно невысокое и электрополирование проводить можно, но вблизи точки E их количество настолько велико, что они полностью разрушают вязкий слой и электрополирование невозможно.

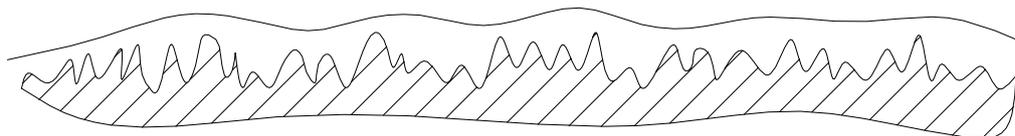
Таким образом, наилучшие условия для электрополирования создаются на участке CD, а на участке АВ – для травления.

На рисунке 6.6. приведены этапы протекания процесса электрополирования и последующего электроотравления. Буквы от А до Е соответствуют точкам вольт-амперной кривой на рисунке 6.5.

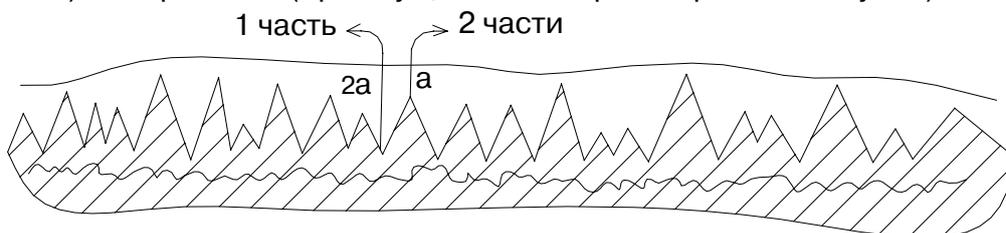
А-В: Активное анодное растворение



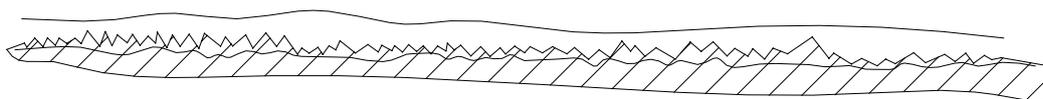
В-С: Формирование вязкого слоя (пассивация)



С-D: а) Полирование (преимущественное растворение выступов)



С-D: б) Утонение вязкого слоя вследствие растворения



С-D: в) Истинная структура



А-В: а) Возврат к активному анодному растворению



А-В: б) Травление



D-E: Образование пузырьков кислорода и разрушение вязкого слоя

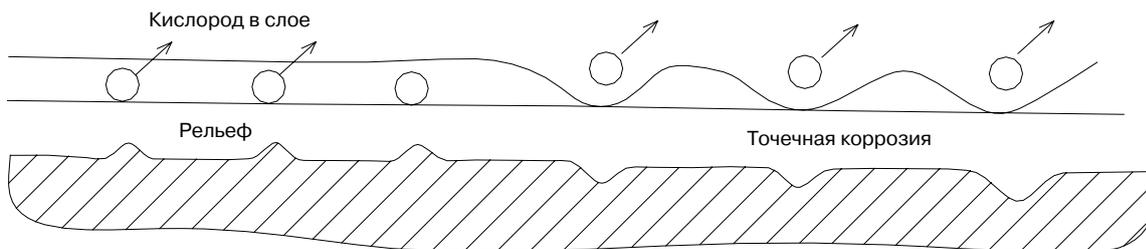


Рис. 6.6.
Изменения на поверхности образца на различных этапах процессов электрополирования и электроотравления

Также следует отметить, что реальная вольт-амперная кривая может существенно отличаться от идеальной. На рисунке 6.7. представлена реальная вольт-амперная кривая для образца из стали площадью 2 см². Как видно из рисунка, участок CD выражен слабо, и напряжение полирования определяется экспериментально.

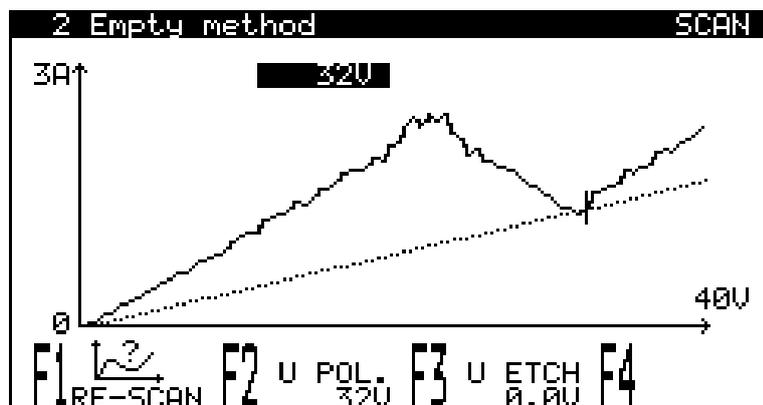


Рис. 6.7.
Реальная вольт-амперная кривая

В первую очередь перед проведением электрополирования необходимо подготовить поверхность образца. Обычно достаточно отшлифовать образец на SiC-бумаге или алмазном диске зернистостью 500. В некоторых случаях проведение электрополирования возможно без шлифования образца, т.е. сразу после отрезания, а иногда бывает необходимо даже проведение полирования. Однако во всех случаях поверхность будет иметь выступы и впадины, разница будет только в их размере. От размера неровностей зависит равномерность растворения поверхности образца. Также немаловажную роль играет площадь полируемой поверхности. При использовании оборудования фирмы Struers для электрополирования образец помещается на маску, которая ограничивает площадь полируемой поверхности, т.е. полируется не вся поверхность образца, а только небольшая ее часть. От площади полирования зависит напряжение полирования и плотность тока. Как правило, наилучшие результаты получаются при полировании небольших площадей, т.к. сила тока при этом небольшая и количество выделяемого в процессе полирования тепла минимально. Обычно при электрополировании используются маски 1 или 2 см².

Напряжение также зависит и от материала образца, и от используемого электролита. Материал обязательно должен быть электропроводным. Если образец залит в смолу, необходимо обеспечить хороший электрический контакт между анодом и образцом, а сама смола не должна проводить ток. Напряжение обычно выбирается таким, чтобы обеспечить необходимую для стабильного протекания процесса плотность тока и определяется по вольт-амперной кривой конкретного образца.

В процессе электрополирования и электротравления на поверхности образца образуются не проводящие электрический ток продукты химической реакции, которые пассивируют поверхность и снижают интенсивность процесса. Для удаления с поверхности образца этих продуктов реакции применяется циркуляция электролита. Циркуляция также предотвращает локальный разогрев электролита и позволяет поддерживать его температуру постоянной. В то же время скорость циркуляции не должна быть слишком высокой, т.к. при этом в электролите будут образовываться пузырьки воздуха, а также вместе с продуктами реакции с поверхности будет смываться и вязкий слой электролита.

Температура электролита должна поддерживаться в районе 20 °С, а в некоторых случаях и ниже. При нагреве электролита, содержащего соляную кислоту и этанол до 30-35 °С, увеличивается риск закипания или даже возгорания и взрыва электролита. Поэтому при полировании нескольких образцов подряд необходимо делать перерывы для охлаждения электролита.

Для предотвращения перегрева электролита и чрезмерного растравливания поверхности образца время электрополирования должно быть минимальным. Для сокращения времени рекомендуется предварительно подготавливать образец.

Таким образом, на конечный результат электрополирования и электроотравления оказывает определенное влияние каждый из параметров. Только при оптимальном сочетании всех параметров процесса можно получить требуемое качество подготовки поверхности образца и воспроизводимость результатов обработки.

Как и любой другой способ обработки материалов, процесс электрохимической обработки имеет свои преимущества и недостатки.

Преимущества:

- Возможность проведения электроотравления большинства материалов на заключительном этапе процесса обработки.
- Возможность подготовки очень мягких материалов и отсутствие деформаций поверхности. Это особенно важно при подготовке образцов для измерения микротвёрдости, электронной микроскопии, рентгеновских методов исследований.
- Малое время обработки. Процесс полирования в большинстве случаев занимает 5-15 секунд, а процесс травления – 2-10 секунд.
- Воспроизводимость результатов обработки.
- Полная автоматизация. Все установки для электрополирования и травления полностью автоматические. Все параметры процесса задаются заранее и сохраняются для последующего использования в памяти станка в виде методик. При правильно выбранной методике влияние оператора на результат обработки минимально.

Недостатки:

- Неравномерное снятие материала. Так как различные фазы материала образца имеют различные электрохимические потенциалы, то скорость растворения будет выше у тех фаз, которые имеют наибольший положительный потенциал. По этой причине, например, при полировании серого чугуна матрица растворяется быстрее, чем графит, и поверхность образца становится рельефной. Такая же проблема появляется и при полировании материалов, содержащих различные включения. Плотность тока вокруг включений повышается, и материал вокруг включений растворяется более эффективно, в результате чего иногда включения просто выпадают из матрицы.
- Низкая скорость снятия материала. Для удаления глубоких царапин или деформаций с поверхности образца время полирования увеличивается, что влечет за собой разогрев электролита и появление дефектов. Поэтому перед проведением электрополирования необходимо шлифовать зерном 4000, а иногда и полировать образец зерном 9 или 6 мкм.
- Заваливание края. Даже если образец залит в смолу, его край будет растворяться более интенсивно чем центр.
- Ограниченная площадь обработки. Это ограничение связано с максимальной силой тока, необходимой для достижения требуемой для обработки плотности тока. Как правило, полируемая площадь составляет 1-2 см², а сила тока при этом максимум 10 А.
- Дефекты обработки. Из-за различных электрохимических потенциалов разных фаз материала (как описано выше) возникают такие дефекты, как: волнистая (рельефная) поверхность, увеличение размера пор, выпадение включений и точечная коррозия.

6.3 МЕТОДИКИ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ, НАЗНАЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ, ВОЗМОЖНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ОБРАБОТКИ И ИХ РЕШЕНИЕ

В приведенных ниже таблицах 18-20 представлены разработанные фирмой Struers основные методы электрохимической обработки различных материалов, назначение применяемых электролитов, а также возможные проблемы при обработке и пути их решения.

Таблица 18
Основные методы электрохимической обработки

Материал	Режим	Электролит	Напряжение, В	Напор электролита	Время, сек.
Сталь	Полирование	A2	40	14	12
	Травление	A2	5	9	5
Низкоуглеродистая сталь	Полирование	AC2	53	7	20
	Травление*	A2	2,5	–	6
Углеродистая сталь	Полирование	AC2	60	12	18
	Травление*	A2	2,5	–	6
Закаленная сталь	Полирование	A3	63	13	18
Нержавеющая сталь	Полирование	A3	35	13	25
	Травление*	10% C ₂ O ₄ H ₂	15	–	60
Алюминий	Полирование	A2	48	9	35
Алюминиевые сплавы	Полирование	A2	39	9	15
Медь	Полирование	D2	24	13	20
	Травление	D2	2	10	4
Латунь и бронза	Полирование	E5	56	18	18
	Травление*	D2	3	–	7
Титан	Полирование	A3	35	16	15
* Травление проводится в устройстве для внешнего травления					
Примечание: под напором электролита следует понимать скорость циркуляции электролита					

Таблица 19
Назначение электролитов

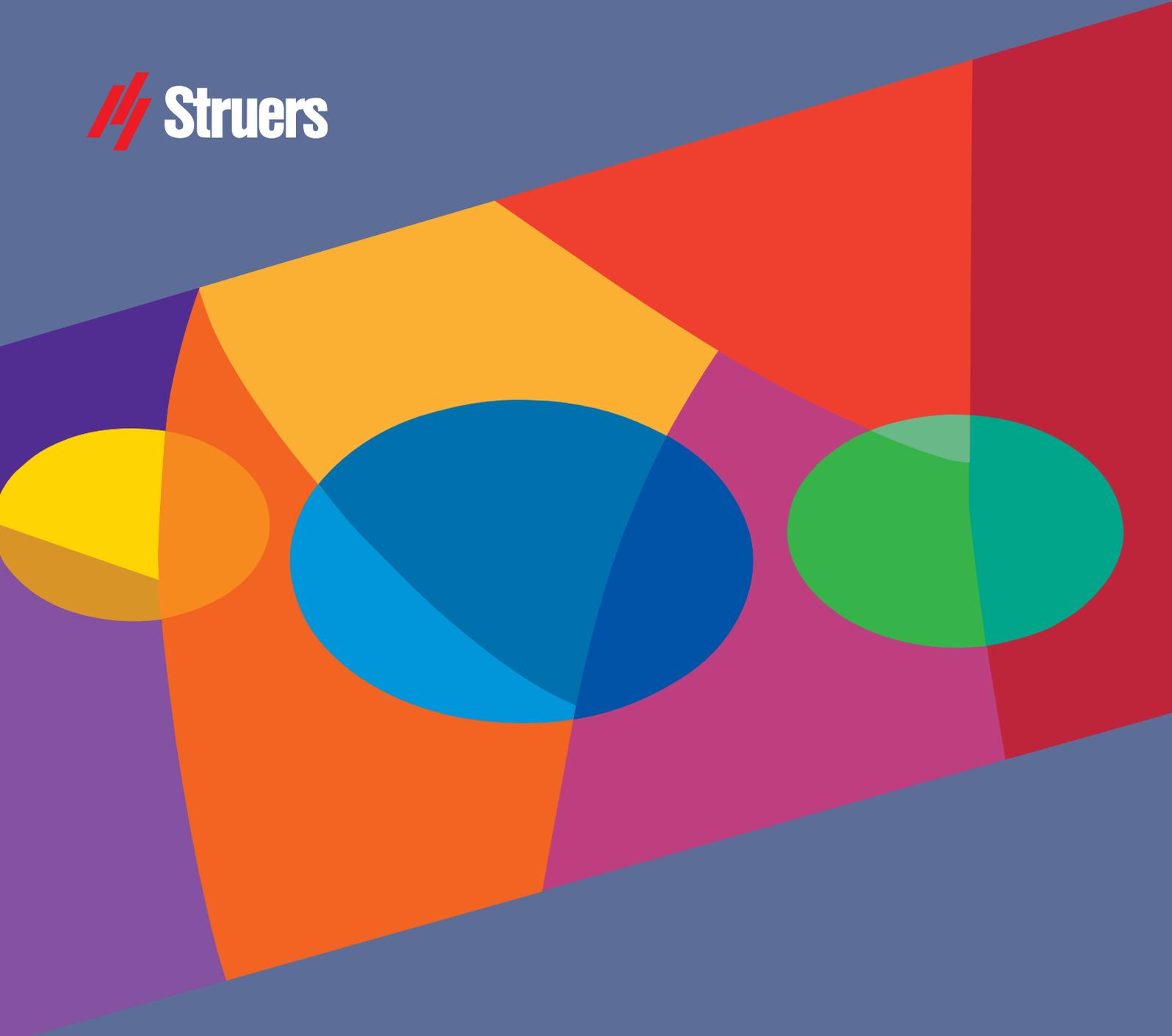
Обозначение электролита	Область применения
A2	Алюминий, железо, никель, серебро, сталь, нержавеющая сталь, титан, олово.
A3	Мартенситные стали, молибден, нержавеющая сталь, титан, ванадий, цирконий.
A8	Хром, гафний, никель, титан.
AC2	Чугун, магний, никель, сталь, нержавеющая сталь.
D2	Латунь, медь, золото.
E5	Латунь, бронза, углеродистая сталь, чугун.

Таблица 20
Возможные проблемы и пути их решения

Проблема	Причина	Действие
Поверхность не полируется или полируется частично.	Недостаточная плотность тока.	Увеличьте напряжение для увеличения плотности тока.
	Старый электролит.	Замените электролит.
	Недостаточный уровень электролита.	Долейте электролит.
Поверхность осталась пятнами не полированная.	Пузырьки газа/слишком высокое напряжение.	Уменьшите напряжение.
	Пузырьки газа/большой напор.	Отрегулируйте напор.
	Слишком высокая температура электролита.	Проверьте температуру электролита.
Полируемая поверхность протравливается.	На границе полирования происходит химическая реакция после отключения питания.	Снимайте и промывайте образец немедленно после выключения питания.
	Слишком низкое напряжение.	Увеличьте напряжение.
Точечная коррозия.	Время операции слишком большое.	Предварительно подготовьте образец для полирования, снизьте время операции.
	Слишком высокое напряжение.	Снизьте напряжение.
	Недостаточный вязкий слой.	Уменьшите напор.
Налет на поверхности (некоторые материалы, содержащие титан, могут образовывать налет, который может быть удален промывкой в проточной воде).	Неразрушаемый продукт реакции.	Используйте другой электролит или более свежий. Увеличьте напряжение.
Волнистая поверхность.	Время операции слишком мало.	Увеличьте время.
	Неправильный напор.	Отрегулируйте напор.
	Старый электролит.	Замените электролит.
	Разная скорость растворения различных фаз материала образца.	Осуществите подготовку образца перед полированием.
	Ошибка при выборе электролита.	Используйте подходящий электролит.
	Недостаточная подготовка образца перед полированием.	Осуществите подготовку образца перед полированием.

ДЛЯ ЗАМЕТОК

ДЛЯ ЗАМЕТОК



МЕЛИТЭК
МатериалогRAFия Аналитика Испытания

117342, Москва,
ул. Обручева, д.34/63, стр.2
Тел./факс: +7 (495) 781-07-85
info@melytec.ru

192012, Санкт-Петербург,
пр. Обуховской обороны,
д. 120, лит.Б, офис 510
Тел./факс: +7 (812) 380-84-85
infospb@melytec.ru

620075, Екатеринбург,
ул. Горького, д.63, офис 715
Тел./факс: +7 (343) 287-12-85
infoural@melytec.ru

03067, Киев, б-р Лепсе,
д. 4, корпус № 1, офис 308
Тел.: +38 (044) 454-05-90
Факс: +38 (044) 454-05-95
infoua@melytec.ru