التجربة 4: البنيـة المجهرية للمعادن و السبائك

مقدمة

تعتبر الدراسة المجهرية لمعدن أو فلز ما ضرورية لدراسة علم المعادن لأنها تعطي معلومات مهمة و متنوعة فمثلا:

- يمكن تمييز نقاوة الفلز و ذلك بمشاهدة الرواسب الداخيلة
- يمكن كذلك إبراز الحدود الحبيبة و حجم الحبيبات و شكل مختلف الأطوار المكونة للبنية و الإنزلاق البلوري و شرائط الثني و البنية الشريطية.....الخ

و للحصول على مشاهدة مجهرية و نتائج قابلة للتحليل يجب إتباع عدة عمليات متتالية من أهمها.

- الصقل الميكانيكي
- الصقل الالكترولي
- التنميش الكيميائي أو الالكترولي

<u>الصقل الميكانيكي</u>

الهدف من الصقل هو جعل سطح العينة المعدنية قابلا للدراسة المجهرية سواءا كان منمشا أو لا، و الصقل ضروري سواءا للدراسة الماكروسكوبية أو الميكروسكوبية و كذلك لقياس الصلادة الميكروسكوبية للصقل نستعمل أوراق كاشطة حيث يتناقص قياس جبيبيات هذه الأوراق كلما تحسن الصقل. و يعبر عن ارتفاع نعومة الأوراق الكاشطة بأرقام أو بمجموعة من الأصفار مثلا: الورق الكاشط ذو الرقم 1000 أنعم من الورق الكاشط ذو الرقم 100 و كذلك فالورق الكاشط 0000 أنعم من الورق الكاشط 00، تستعمل هذه الأوراق بالماء أو بدونه و توضع على سطح مستو وصلب. تحك العينة إما ذهابا أو إيابا على سطح

الورق الكاشط أو بتثبيت العينة على الورق الكاشط الموضوع على قرص يدور ميكانيكيا و نحصل في الحالتين على أخاديد متوازية.

يتم التنقل من ورق كاشط إلى آخر عندما تمحى كل الأخاديد الناتجة على الورق السابق و يجب تدوير العينة ب $90°$ حول محور الورق الكاشط. إن استعمال الماء كمادة للتبريد ضروري لأغلب المواد و ذلك لتفادي إعادة التبلور الموضعي.

الصقل بإستعمال المواد الكاشطة المعلقة

تبين المشاهدة المجهرية بعد آخر صقل، بأن سطح العينة لا يزال يحتوي على أخاديد و لإزالة هذه الأخاديد تستعمل مواد كاشطة رفيعة جدا مثل الألومين Al_2O_3 و عجينة الماس المعلقة في محاليل مناسبة. و تحدد نعومة المواد المعلقة بزمن الترسب، توضع هذه المحاليل على قرص مصنوع من مادة اللبد « Feutre » و يلصق بقرص دوار. يجب التأكد في كل مرة من نوعية الصقل بالمشاهدة المجهرية حيث يجب أن يظهر سطح العينة لامع و خال من أية عيوب. قبل كل مشاهدة يجب غسل سطح العينة بالكحول لإزالة الأوساخ و البقع و تجفيفها بعد ذلك. بالنسبة للمواد اللينة يجب أخذ كل الاحتياطات ليتم الصقل بعناية فائقة و ذلك لتفادي تطريق الطبقة السطحية للعينة لأنها تؤدي إلى تغيير في مظهر البنية و بالتالي تؤدي إلى خطأ في تفسير المشاهدة المجهرية للتركيب المعدني.

الصقل الإلكتروليتي «بالتحليل الكهربائي»

تستعمل هذه الطريقة بعد تحضير سطح العينة عن طريق الصقل الميكانيكي. الهدف من الصقل الإلكتروليتي هو إزالة كل العيوب الموجودة على السطح المصقول (سطح غير منتظم). يتم ذلك عن طريق إزالة الطبقة السطحية بواسطة التذويب المصعدي(الأنودي). خلال الطور الأول للصقل الإلكتروليتي يتكون على سطح العينة (الغير منتظم) طبقة لزجة مكونة من مواد للتفاعل الأنودي (المصعدي). ناقلية هذه الطبقة الطبقة أعلى من ناقلية المحلول الإلكتروليتي و ذات سمك متغير. وتكون

كثافة التيار الكهربائي عالية عند الرؤوس مما يؤدي إلى تآكل عال للمادة عند الرؤوس و بالتالي استواء الطبقة السطحية، نحصل في النهاية على صقل لامع كالمرآة بالإضافة إلى إزالة كل آثار التأكسد.

2- الهدف من التجربة

- تحديد البنية المجهرية
- تحديد متوسط البعد الحبيبي
- تحديد عدد الاطوار المتواجة في العينة و ماهيتها
- تحديد نسبة الاطوار المئوية المتواجدة
- التحكم في طرق الصقل و التنميش و المشاهدة المجهرية

3-الأدوات المستعملة

- عينات من مختلف المواد
- جهاز خاص بعملية الصقل
- أوراق كاشطة مختلفة الأبعاد
- مجهر ضوئي
- ورق شفاف

4-الجانب العملي

خلال هذه التجربة، تقوم كل مجموعة من الطلبة بالصقل الميكانيكي لمجموعة من المواد بإستعمال أولا الأوراق الأوراق الكاشطة ثم بإستعمال المواد المعلقة كعجينة الماس أوالألومين. قبل الإنتقال إلى الورق الكاشط التالي يجب التأكد من إزالة الأخاديد الناتجة عن الصقل السابق- بإستعمال المجهر-. غسل العينة و تجفيفها ضروري قبل كل مشاهدة مجهرية . لاحظ وجود الأخاديد و المذنبات.

ملاجظة هامة

إذا كان حجم العينات المستعملة في هذه التجربة صغيرا و يصعب مسكه بالأصابع خلال عملية الصقل فيجب في هذه الحالة القيام بعملية تغطية العينة (إكسائها) لإعطائها الحجم اللائق و تتم عملية التغطية كمايلي:

أ- توضع العينة في قالب غالبا مايكون مستدير أو مستطيل الشكل و يصب فوقها خليط من مسحوق و مادة صمغية و الإنتظار حتى يتجمد الخليط و يصبح صلبا قابلا للمسك. و تعرف هذه العملية بالتغطية الباردة لأنها تتم في درجة الحرارة العادية.

ب- النوع الثاني من التغطية هي التغطية الساخنة و تتم هذه العملية عند درجات حرارة مرتفعة (150-180) °C و نستعمل في هذه الحالة جهاز خاص بذلك (جهاز الضغط الحراري). توضع العينة مع مسحوق

خاص و تحت الضغط ودرجة الحرارة ، يتم تذويب المسحوق ثم تبريده و الحصول على إكساء أو تغطية مناسبة للعينة. يجب أخذ بعض الإحتياطات لهذا النوع من الإكساء و ذلك لأن درجة الحرارة قد تؤثر على التركيب البنيوي الأصلي للمادة مما يؤدي إلى خطأ فيتعليل النتائج و في هذه الحالة يفضل النوع الأول من التغطية.

التنميش الكيميائي

عند فحص سطح العينة المصقولة بالمحهر نلاحظ بأنه لايمكن تحديد جدود الحبيبات و كذلك الأطوار المكونة للبنية. غير أنه يمكن مشاهدة بعض العيوب مثل الشدوخ و المكتنفات، لذا يجب تنميش سطح العينة بإستعمال محاليل كيميائية و تعتمد آلية التنميش الكيميائي على التآكل، حيث يتم تآكل بعض الأطوار أكثر من غيرها مما يسمح ببروز وو ضوح الحدود الحبيبة و كذلك الأطوار. تظهر المناطق القليلة التآكل مستوية و أفقية و مضاءة بينما المناطق الأكثر تآكلا فإنها تبدو داكنة و إستوائها مشوه و ذلك بسبب إنعكاس الضوء خارج العدسة المرئية. يختلف تركيب المحاليل الكيميائية بإختلاف الفلز أو السبيكة، و كذلك بإختلاف النتيجة المراد الوصول إليها. من أشهر هذه المحاليل نذكر منها مايلي:

الفولاذ وحديد الزهر

- **محلول النيتال من 2% إلى 4%:** ويتكون من 2-4 سم^3 من حمض النتريك مع 96-98 سم^3 من كحول الإثيليك، تصل مدة التنميش إلى دقيقة واحدة.

- **محلول البيكرال Picral:** يتكون من 40g حمض البيكريك و 1 ليتر من كحول الإثيليك. تظهر هذه المحاليل البيرليت Perlite و الحدود الحبيبية للبنية.

سبيكة الألمنيوم

- **<u>محلول Vilélle</u>** : يتكون من HNO_3 10 cm^3, HF (40%) 20 cm^3, H_2O 100 cm^3،
Glycerine 30 cm^3

عند التنميش بهذا المحلول فإن بلورات $FeAl_3$ تكون بالون الأزرق –الرمادي و مركبات Al-Fe-Si تكون بالبني المحمر و $CuAl_2$ تكون باللون الوردي....

سبيكة النحاس

يتكون محلول التنميش من $FeCl_3$ 5 g, HCl 10 cm^3, H_2O 100 cm^3

تقدر مدة التنميش ب 5 ثوان و إذا كان التنميش قويا جدا، فيجب إضافة قليل من الماء. يكون هذا المحلول طبقة من الأكسيد على سطح العينة و يظهر هذا المحلول، بصورة عامة الحدود الحبيبية.

قياس بعد الحبيبات

يتكون الفلز دائما و بصورة عامة، من عدد كبير من البلورات يطلق عليها اسم الحبيبات. تتغير الأبعاد الخطية للحبيبات من 10µm الى 100µm وبالرغم من كون الحبيبات شكل متعدد الاوجه غير منتظم فإنها تتجمع فيما بينها مشكلة كتلة متراصة. علميا، لا يمكن تحديد عدد الحبيبات بالقياس المباشر. تظهر الحبيبات بعد عمليتي الصقل و التنميش لسطح عينة، على شكل خلايا ذات حدود داكنة تسمى هذه الحدود بحدود الحبيبات لها شكل متعدد الأضلاع. يمكن تحديد عدد هذه الحبيبات بالحساب المباشر أو بالمقارنة مع صورة نموذجية.

تتمثل أهمية معرفة حجم الحبيبات في فهم بعض الظواهر مثل التشوه اللدن و التطريق و إعادة البلورة كما ترتكز نتائج المعالجات الحرارية لأغلب أنواع الفواليذ على ظاهرة تضخيم الحبيبة عند عملية التسخين.

تعيين متوسط بعد الحبيبة

يوجد عدد من الأنظمة العالمية لقياس **متوسط بعد الحبيبات** من أهمها:

- طريقة توزيع الحبيبات، و هي تعتمد على مفهوم رياضي و تسمح بتصنيفهم، وفق الشكل، إلى أقسام مختلفة
- طريقة تعداد الحبيبات، سواءا بإستعمال تقنية ممساحية JEFFERIES أو تقنية الخطوط المعترضة Heyn.
- طريقة المقارنة، و تستعمل عينة للمقارنة حيث يتم تراكب جزيء لصورة البنية مع صورة المقارنة السلبية Cliché وفق طريقة ASTM، أو وفق سلم المقارنة الأوروبي مثل AFNOR (فرنسا) و UNIMET (ايطاليا)، و KOSTRON و DEDERICHS. نقترح استعمال احدى طرق التعداد و هي تقنية JEFFERIES. تعتبر هذه الطريقة الأكثر استعمالا خاصة اذا كان الهدف هو البحث عن تقدير كمي لحجم الحبيبة كما هو عند مراقبة الانتاج الصناعي أو البحث العلمي.

تتمثل هذه الطريقة في:

- رسم على صورة البنية المجهرية دائرة ذات مساحة معلومة A (يمكن ان نرسم دائرة قطرها 60mm على شاشة السطح التابعة للمجهر الضوئي.
- حساب عدد الحبيبات الواقعة داخل الدائرة Ni و إضافة إليه نصف عدد الحبيبات التي تقطع محيط الدائرة N_c و يكون العدد الكلي للحبيبات مساويا إلى $N_T = N_i + N_c/2$.

و تكون المساحة الحقيقية مساويا إلى $A_{vraie}=A_{obs}/G^2$ حيث:

A_{obs} المساحة المشاهدة.

G تكبير الصورة التي تظهر على شاشة المحهر الضوئي.

و منه نستنتج المساحة المتوسطة الحقيقية للحبيبة $A_{grain}=A_{vraie}/N_T$

ملاحظات:

- يختار التركيب المناسب لحساب حجم الحبيبات لعينات جاهزة للفحص المجهري، و بمعنى آخر لابد من الحصول على صورة تحتوي على عدد كاف من الحبيبات.
- ينصح أن يكرر الطالب القياس عدة مرات لمناطق مختلفة من سطح العينة.
- يجب التمييز بين حدود الحبيبات وحدود التوأمة (خاصة بالنسبة للنحاس) و لاتأخذ هذه الأخيرة في الحساب بعين الاعتبار.

التجربة:

تقدم لكل مجموعة من الطلبة عينات من :

- فولاذ في حالة عيارية أو ملدنة
- سبيكة Al في حالة اعادة البلورة دون تطريق و حالة اعادة البلورة بعد عملية التطريق.
- سبيكة Cu في حالة اعادة البلورة دون تطريق و حالة اعادة البلورة بعد عملية التطريق.

و المطلوب

1- حساب حجم الحبيبات باستعمال JEFFERIES لكل عينة و إعطاء القطر المتوسط للحبيبة (µm) و ذلك بفرض أن الحبيبات مربعة الشكل

2- مقارنة حجم الحبيبات لكل سبيكة في الحالة الملدنة و الحالة المطرقة

التركيب المجهري لسبيكة متعددة الأطوار

يمكن تعيين الأطوار المكونة للسبائك بإستعمال التحليل المجهري لسطح السبيكة بعد تنميشها بالمحلول المناسب، حيث يظهر كل طور بلون يختلف عن الآخر. مثلا الفولاذ تحت أصهراني أو تحت تصلبي hypoeutectoide في حالة التلون (إزالة السقاية) تظهر بنيته بعد تنميشها بمحلول Nital على شكل

حبيبات من الفيريت (مضاءة) و أخرى للبيرليت (داكنة). غير أنه يصعب في بعض الأحيان التمييز بين المركبات المكونة للبنية لصعوبة التمييز بين الألوان في بعض السبائك مثل سبائك النحاس.

في الحالة التي يمكن تعيين الأطوار بالإعتماد على الألوان فإنه يمكن تقييم المساحة النسبية لكل طور و هي تتناسب مع حجم كل مركب للبنية، و ذلك بالإعتماد على الصور المجهرية. نشرح هنا طريقة الخطوط المعترضة لحساب نسبة وجود كل مركب مكون للبنية.

طريقة الخطوط المعترضة Methode des intercepts

تتمثل هذه الطريقة في وضع شبكة خطوط متعامدة فوق صورة مجهرية لبنية مكونة من عدة أطوار أو مركبات، نلاحظ بأن كل مركب مجهري، يعترض عددا من الخطوط الشاقولية و الأفقية للشبكة. و يقدر طول خطوط الإعتراض ب L_i. تحسب نسبة مجموع هذه الأطوال L_i إلى الطول الكلي لخطوط الشبكة L_R بالعلاقة:

$$V\% = \sum_i Li/L_R \times 100$$

تعطى هذه العلاقة بتقريب جيد، الحجم النسبي لمركب ما بالنسبة إلى الحجم الكلي للعينة و الشكل التالي يعطي تمثيل بسيط لهذه الطريقة لبنية مكونة فقط من مركب α ومركب β.

إن مجموع طول الخطوط المعترضة للمركب α مثلا $\sum L_{i\alpha}$ أقل دائما من الطول الكلي للشبكة L_R.
إن دقة القياس تتعلق بشكل بشكل الأطوار و دقة الشبكة، حيث تكون ضعيفة إذا كان حجم إحدى الأطوار ضعيفا بالنسبة إلى الحجم الكلي و كذلك إذا أظهرت الأطوار المكونة للبنية اتجاه معين مثل البنية الشريطية، و ذلك بسبب اختلاف –اختلافا كبيرا- القياسات على الخطوط الأفقية و الشاقولية – الفواصل و الترتيب-.

تستعمل هذه الطريقة كذلك في حساب نسبة الكربون في الفولاذ تحت اصهراني و في حالة التلون recuit.
تقدر نسبة الكربون في الفولاذ بالعلاقة:

$$C\% = 0.8\ V_p$$

حيث V_p هو الحجم النسبي للبرليت و يحسب بطريقة الخطوط المعترضة السابق شرحها. يجب ملاحظة بأن هذه العلاقة تستعمل فقط في الحالة التي يكون فيها توزيع الاطوار ضمن شروط مخطط التوازن.

التجربة:

تقوم كل مجموعة من الطلبة بصقل عينة من الفولاذ تحت اصهراني و بعد عملية تنميش ناجحة لسطح العينة بالمحلول المناسب يطلب:

- نقل مخطط للبنية المجهرية على ورق شفاف
- تحديد لون واسم كل مركب للبنية
- تحديد نسبة الكربون في الفولاذ باستعمال طريقة الخطوط المعترضة. ناقش النتائج
- يجب حساب الارتياب النسبي لعمليات القياس.