



Univerza v Mariboru

*Fakulteta za kemijo in
kemijsko tehnologijo*

MATERIALI

**Navodila za opravljanje laboratorijskih vaj na 1. stopnji bolonjskega
visokošolskega strokovnega programa KEMIJSKA TEHNOLOGIJA**

**Darja Pečar
Andreja Goršek**

Maribor, 2011

Copyright 2011

Darja Pečar in Andreja Goršek, Materiali, Navodila za laboratorijske vaje na 1. stopnji bolonjskega visokošolskega strokovnega programa Kemijska tehnologija

Avtorici: doc. dr. Darja Pečar
izr. prof. dr. Andreja Goršek

Vrsta publikacije: Zbrano gradivo

Založnik: Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Univerza v Mariboru

Naklada: on-line

Gradiva iz publikacije, brez dovoljenja avtoric, ni dovoljeno kopirati, reproducirati, objavljati ali prevajati v druge jezike.



CIP - Kataložni zapis o publikaciji
Univerzitetna knjižnica Maribor

66.017(075.8)(076.5)

PEČAR, Darja
Materiali [Elektronski vir] : navodila za
opravljanje laboratorijskih vaj na 1. stopnji
bolonjskega visokošolskega strokovnega programa
Kemijska tehnologija / Darja Pečar, Andreja
Goršek. - El. učbenik. - Maribor : Fakulteta za
kemijo in kemijsko tehnologijo, 2011

Način dostopa (URL):
<http://atom.uni-mb.si/stud/egradiva.php>

ISBN 978-961-248-274-9
1. Goršek, Andreja, 1961-
COBISS.SI-ID 66902017

VSEBINA

1. vaja - IDENTIFIKACIJA PLASTIČNIH MAS.....	1
2. vaja - LASTNOSTI POLIMEROV	5
a) LOČITEV ZMESI POLIMEROV S KOLONSKO KROMATOGRAFIJO	5
b) DOLOČANJE STOPNJE DEGRADACIJE POLIETILENA NIZKE GOSTOTE.....	5
3. vaja - IZDELAVA STEKLA Z NIZKIM TALIŠČEM	8
4. vaja - PREIZKUS HIDROLIZE NA STEKLENEM DROBLJENCU	10
5. vaja - METALOGRAFSKA PREISKAVA KOVIN.....	12
a) IDENTIFIKACIJA JEKLA.....	12
b) DOLOČANJE VELIKOSTI ZRNA.....	14

1. vaja - IDENTIFIKACIJA PLASTIČNIH MAS

NAMEN VAJE

Identifikacija polimerov je za predelovalce plastičnih mas zelo pomembna. Potrebno je namreč določiti vrsto polimera ali zmesi polimerov, iz katerih je narejen trgovski produkt. Pri vaji bomo na nepoznanih vzorcih plastičnih mas izvedli nekaj standardnih preizkusov za identifikacijo:

1. Preizkus segrevanja in gorenja.
2. Preizkus določitve prisotnosti klora (preizkus po Beilsteinu).
3. Preizkus topnosti v topilih.
4. Snemanje infrardečih spektrov.
5. Končna identifikacija na osnovi preizkusov od 1 do 4.

PRIBOR IN KEMIKA LIJE

- epruvete,
- topila,
- leseno držalo za epruvete,
- bakrena žička,
- lakmusov papir,
- žlička.

IZVEDBA VAJE

1. Preizkus plastičnih mas s segrevanjem in gorenjem

Preizkuse izvajamo pazljivo in vselej z majhno količino vzorca. Nekateri polimeri namreč gorijo zelo burno, pogosto z eksplozijo, drugi pa pri gorenju razvijajo plin, ki ga ne smemo vdihavati. Zato preizkuse opravljamo samo v digestoriju.

Metodo preizkušanja segrevanja opravimo tako, da damo na čisto žličko eno zrno polimera, pazljivo segrevamo nad plamenom, dokler se ne začne dimiti. Vzorec odstranimo s plamena in z navlaženim lakmusovim papirjem ugotovimo prisotnost kisline ali luga. Pozorni smo tudi na razvijanje karakterističnega vonja. Vse opažene spremembe si zabeležimo.

Nato postavimo vzorec v toplejši predel plamena in opazujemo ali material gori, način gorenja, barvo plamena in končni videz ostanka. Preverimo še, ali material po odstranitvi s plamena gori.

Ugotovitve primerjamo s priloženo tabelo in sklepamo, kakšne vrste plastično maso imamo.

2. Preizkus po Beilsteinu

S to metodo lahko na enostaven način določimo prisotnost klora. Čisto bakreno žico z držajem segrevamo v brezbarvnem delu plinskega plamena do rdečega žara. Vzorca, ki ga analiziramo, se za trenutek dotaknemo z vročo žico in jo ponovno damo nad plamen. Zelena barva plamena kaže prisotnost klora ali broma.

3. Preizkušanje topnosti v topilih

Za določanje topnosti polimerov damo v epruveto 1 zrno plastičnega materiala in približno 1 cm topila. Topnost najprej preizkusimo pri sobni temperaturi. Kot prvo topilo vzamemo kloroform. V kolikor ne zasledimo znamenj topnosti, nadaljujemo z raztapljanjem na vodni kopeli (pri vrenju). Pri tem si pomagamo s stekleno palčko. Ko najdemo topilo, v katerem se vzorec raztaplja dodamo še tri zrna plastične mase. Ko se vsa zrna raztopijo posnamemo IR spekter.

4. Identifikacija vzorca z infrardečo spektrometrijo

Vzorec, ki smo ga raztopili v določenem topilu, pripravimo za snemanje na IR spektrofotometru. Vzorec naneseemo na NaCl ploščico (paziti moramo, da ploščice ne pridejo v stik z vlago, ker se v vodi topijo). Preostalo topilo na ploščici odparevamo s fenom tako dolgo, dokler na ploščici ne opazimo tankega filma plastične mase. Posnamemo IR spekter. Glede na prisotnost karakterističnih funkcionalnih skupin sklepamo na vrsto polimera. Z metodo "prstnega odtisa" dokončno identificiramo vzorec (vsi piki našega vzorca se morajo popolnoma ujemati s priloženim standardom).

5. Končna identifikacija polimera

Na osnovi vseh predhodnih preizkusov dokončno identificiramo neznani polimer.

V tabeli 1.1 so prikazane lastnosti polimerov, ki gorijo, dokler dovajamo zunanji plamen in tistih, ki z gorenjem nadaljujejo tudi po odstranitvi zunanjega plamena.

Tabela 1.1: Lastnosti nekaterih polimerov.

Material gori, vendar ugasne po odstranitvi plamena			
polimer	barva plamena	vonj	druge lastnosti
Melamin-formaldehid	bledo rumena z modro zelenimi robovi	po formaldehidu in ribah	težko se vžge, lužnate pare
Nylon	modra z rumenim vrhom	po prežgani zelenjavi	ostro se tali v prozorno talino iz katere lahko izvlečemo niti
Fenol-formaldehid (bakelit)	rumena	po fenolu in formaldehidu	težko se vžge
Politetra-Fluoroetilen	rumena	brez vonja	zelo težko gori, počasi poogleni, kisle pare
Polivinil-klorid	bledo rumena s svetlo zeleno modrim robom	po fenolu in formaldehidu	težko se vžge, lužnate pare
Material gori in nadaljuje gorenje, ko odstranimo plamen			
polimer	barva plamena	vonj	druge lastnosti
Nitrilni kavčuk	rumena, sajast plamen	neprijeten, osladen	/
Polibutadienski kavčuk	rumena z modro osnovo, sajast plamen	neprijeten, osladen	/
Poliuretan	rumena z modro osnovo	kisel	/
Stiren-butadien (SBR kavčuk)	rumena, zelo sajast plamen	po stirenu	/
ABS	rumena z modro osnovo	stirenu	/
Celulozni acetat	rumena	po očetni kislini	kisle pare
Poliakrilonitril	rumena	najprej po cianidu, nato po zažganem lesu	/
Polikarbonat	rumena, sajast plamen	po fenolu	/
Polietilen-tereftalat	rumena, sajast plamen	sladek	ostro se tali v prozorno talino iz katere lahko izvlečemo niti
Poliacetali	svetlo modra	po formaldehidu	/
Polimetil-metakrilat	rumena z modro osnovo	po metil-metakrilatu	/
Propilen	rumena z modro osnovo	po vosku sveče, ki gori	s segrevanjem se prozorno tali
Polistiren	rumena z modro osnovo, zelo sajast plamen	po stirenu	/
Polivinil-acetat	rumena, sajast plamen	po vinil acetatu	črn ostanek
Polivinil-alkohol	rumena, sajast plamen	neprijeten, sladek	črn ostanek
Silikon	svetlo rumeno-bela	brez vonja	bele pare in bel ostanek

V tabeli 1.2 so prikazane osnovne lastnosti nekaterih pomembnih termoplastov.

Tabela 1.2: Osnovne lastnosti izbranih termoplastov.

		POLIETILEN			
		nizke gostote	srednje gostote	visoke gostote	EVA
lastnosti, pomembne za predelavo	temperatura brizganja / °C	150-260	150-260	150-315	120-205
	tlak brizganja / kp/cm ²	560-2100	560-2100	700-1400	560-1400
	kompresijsko razmerje	1,8-3,6	1,8-2,2	2,0	/
	linearno krčenje / cm/cm	0,015-0,050	0,015-0,050	0,02-0,05	0,007-0,011
	gostota / g/cm ³	0,910-0,925	0,926-0,940	0,941-0,965	0,935-0,950
mehanske lastnosti	odpornost na razteg / kp/cm ²	40-160	85-250	215-285	100-200
	raztezek pri prelomu / %	90-800	50-600	20-1000	750-900
	modul elastičnosti / kp/cm	985-2500	1750-3700	4200-12600	140-840
	odpornost na udar (IZOD) / kg cm/cm	se ne lomi	27-86	27-106	se ne lomi
	trdota, Rockwell	D 41-D 46 (Shore) R 10	D 50-D 60 (Shore) R 15	D 60-D 70 (Shore)	(Shore)
termične lastnosti	specifična toplota / cal/°C/g	0,55	0,55	0,55	0,55
	odpornost proti konstantnemu gretju / °C	82-100	105-120	120	/
	temperatura upogiba pod obremenitvijo / °C pri 18.5 kp/cm ²	32-40	40-50	43-55	35
	temperatura upogiba pod obremenitvijo / °C pri 4.5 kp/cm ²	38-50	50-75	60-88	60-65
električne lastnosti	dielektrična odpornost, vzorec 3 mm / volt/0,0025	450-1000	450-1000	450-1000	620-780
	dielektrična konstanta, 60 ciklov	2,25-2,35	2,25-2,35	2,30-2,35	2,50-3,16
	faktor izgube, 60 ciklov	0,0005	0,0005	0,0005	0,003-0,020

2. vaja - LASTNOSTI POLIMEROV

a) LOČITEV ZMESI POLIMEROV S KOLONSKO KROMATOGRAFIJO

NAMEN VAJE

Opisano metodo kolonske kromatografije imenujemo elucijsko analizo. Zanje je značilno, da v kolono na stacionarno fazo naneseemo raztopino zmesi polimerov, ki jih želimo ločiti, nato z različnimi čistimi topili, ki predstavljajo mobilno fazo eluiramo polimere. Zaradi različne adsorpcijske sposobnosti komponent oziroma različne porazdelitve med stacionarno in mobilno fazo, bodo komponente zmesi potovale skozi kolono različno hitro in izoblikovale se bodo omejene cone. Če priteka mobilna faza kontinuirano, se bodo komponente ločeno eluirale iz kolone. Posamezne cone na koloni so navadno dobro omejene in komponente v eluatu dobro ločene.

PRIBOR IN KEMIČALIJE

- kolona,
- epruvete,
- silikagel,
- topila,
- steklena palčka,
- leseno držalo za epruvete.
- vodna kopel.

IZVEDBA VAJE

Zmes polimerov ločimo s kolonsko kromatografijo. Stacionarno fazo si pripravimo tako, da 4 žličke silikagela Kieselgel 60 (0,063 – 0,1 mm) zmešamo s kloroformom in z mokrim polnjenjem napolnimo kolono. Raztopljeno zmes polimerov nato nalijemo v kolono na stacionarno fazo in počasi (po kapljicah) eluiramo z različnimi topili glede na naraščajočo polarost. V našem primeru uporabljamo samo dve topili (kloroform in tetrahidrofuran) v vsakem od njih se raztaplja en polimer iz zmesi.

Eluat lovimo v epruvete. Na vodni kopeli odparimo topilo in preverimo, ali je v epruveti viskozni ostanek. Iz tega sklepamo na morebitno prisotnost katerega od dveh polimerov dobljene zmesi. Koncentrirani vzorec naneseemo na ploščico NaCl in topilo popolnoma odparimo. Posnamemo IR spekter in sklepamo na vrsto polimera.

b) DOLOČANJE STOPNJE DEGRADACIJE POLIETILENA NIZKE GOSTOTE

NAMEN VAJE

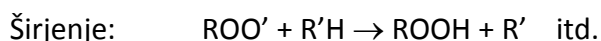
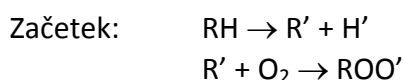
Polietilen nizke gostote (PEHD) pridobivajo z visokotlačnim postopkom (1500 – 3000) bar. To je polietilen z razvejano strukturo. Višja stopnja razvejanosti polietilena zmanjša sposobnost polimernih verig, da bi prišle bližje skupaj in se uredile, zato so pogoji za nastanek kristalov slabši. Ta polietilen ima nizko gostoto (0,91 – 0,925) g/cm³, nizko tališče oziroma zmehčiče

in večjo prepustnost za pline in pare kot polietilen visoke gostote, ki ima nižjo stopnjo razvejanosti.

Zunanji vplivi (svetloba, toplota, mehansko delovanje, razne kemikalije, sevanje, kisik, ozon) lahko vplivajo na degradacijo polimera. Oksidacija polietilena nastopa največkrat na mestih, kjer je polimerna molekula razvejana. Reakcija je avtokatalitska.

Termooksidacija polietilena povzroči nastanek peroksidnih radikalov, iz katerih po cepitvi polietilena nastanejo ogljikovodikovi radikali. Le-ti reagirajo s kisikom in dajejo ponovno peroksidne radikale, ki so osnova za nastanek novih oksidacijskih produktov (ketoni, aldehidi, estri).

Tako lahko z zasledovanjem vsebnosti karbonila z IR spektrofotometrijo ugotavljamo potek termooksidacije oziroma fotoooksidacije.



Reakcija je v odsotnosti svetlobe izredno počasna. Pod vplivom kisika, UV svetlobe, visokoenergijskega sevanja itd. se ta reakcija pospeši.

V kolikor zasledimo, da polietilen vsebuje karbonilno $\lambda = (1715 - 1720 \text{ cm}^{-1})$, transvinilensko $\lambda = 966 \text{ cm}^{-1}$ ali vinilno skupino $\lambda = (992 \text{ in } 909) \text{ cm}^{-1}$ pomeni, da je degradiran.

IZVEDBA VAJE

Posnamemo IR spekter neznanega vzorca (folije) in na osnovi spektra ugotovimo, ali je vzorec degradiran ali nedegradiran.

Na voljo imamo posnete IR spektre nedegradiranega in štirih degradiranih vzorcev PENG. Vsi vzorci so enotne debeline, $d = 0,045 \text{ mm}$. Pri vaji je potrebno ugotoviti, kateri izmed degradiranih vzorcev PENG je najbolj degradiran.

1. PENG – nedegradiran
2. PENG – degradiran – termično + foto 25 h
3. PENG – degradiran – termično 100 h
4. PENG – degradiran – termično 300 h
5. PENG – degradiran – vpliv UV svetlobe - Xenotest 246 h

Za vse degradirane vzorce izračunamo absorpcijski koeficient, a , po formuli:

$$a = \frac{\log\left(\frac{\Phi_0}{\Phi_t}\right)}{d}$$

2.1

kjer je:

d = debelina vzorca (mm),

Φ_0 = tok vpadne svetlobe (W) in

Φ_t = tok prepuščene svetlobe (W).

Stopnjo cepljenja polimernih verig (degradacijo) lahko zasledujemo tudi z določanjem vsebnosti olefinskih skupin:

- transvinilenska skupina RCH=CHR absorbira pri 966 cm^{-1} in
- vinilna skupina RHC=CH_2 absorbira pri 992 cm^{-1} in 909 cm^{-1} .

Množinski delež transvinilenskih skupin merimo tako, da izračunamo absorpcijski koeficient degradiranega vzorca pri 966 cm^{-1} in delež transvinilenskih skupin na 1000 C atomov po enačbi:

$$x(\%) = a_{(966\text{ cm}^{-1})} \cdot 0,18 \quad 2.2$$

Na podoben način merimo množinski delež vinilnih skupin tako, da izračunamo absorpcijski koeficient degradiranega vzorca pri 909 cm^{-1} :

$$x(\%) = a_{(909\text{ cm}^{-1})} \cdot 0,13 \quad 2.3$$

Podatke (absorpcijske koeficiente in množinske deleže) za vse vzorce vpišemo v tabelo in določimo najmočnejše degradiran vzorec.

3. vaja - IZDELAVA STEKLA Z NIZKIM TALIŠČEM

NAMEN VAJE

Za pripravo običajnega industrijskega stekla so potrebne temperature nad 1400 °C. V laboratorijskem merilu pa lahko izdelamo steklo z nižjim tališčem, $\theta \approx 800$ °C, s tem da izberemo primerne sestavine in ustrezni postopek.

PRIBOR IN KEMIKAJIJE

- rokavice,
- zaščitna očala,
- žarilni lonček,
- klešče,
- jeklena ploščica,
- trinožno stojalo,
- čaša,
- H_3BO_3 ,
- Li_2CO_3 ,
- Na_2CO_3 ,
- CaCO_3 ,
- SiO_2 ,
- CuO ,
- smukec.

IZVEDBA VAJE

Izdelava stekla poteka pri zelo visoki temperaturi, zato morate biti pri delu še posebej previdni.

Žarilno peč vklopimo in nastavimo temperaturo na 850 °C.

V čašo zatehtamo:

10,62 g	H_3BO_3
2,48 g	Li_2CO_3
1,80 g	Na_2CO_3
1,72 g	CaCO_3
1,00 g	SiO_2

Če želimo steklo obarvati, dodamo še za noževko konico CuO (oziroma kakšno drugo kemikalijo).

Za pripravo belega motnega stekla zamenjamo CaCO_3 v prvotnem receptu s 5 g $\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$ ter zmanjšamo količino Na_2CO_3 na 0,81 g.

Sestavine v čaši dobro premešamo. V žarilni peči 10 min segrevamo prazen žarilni lonček. V lonček damo 1 žličko zmesi in ga v peči pustimo 10 min, da se zmes stali. Nato dodamo še tri

3. vaja - IZDELAVA STEKLA Z NIZKIM TALIŠČEM

žličke zmesi in ponovno segrevamo 10 min. Ko se zmes stali, počasi dodamo še vso ostalo zmes. Jekleno ploščico, ki nam služi kot kalup, posujemo s smukcem, da se steklo ne sprime s ploščico in jo damo skupaj z žarilnim lončkom v peč. Po 30 min damo jekleno ploščico s kleščami na trinožno stojalo. Talino stekla iz žarilnega lončka na hitro zlijemo na pregreti kalup. Po 1 uri steklo, ki ga imenujemo surovec, vzamemo iz ploščice. Napetosti v steklu odpravimo z nadaljnjo toplotno obdelavo. Surovec damo za 20 min v peč pri 450 °C. Nato peč ugasnemo in pustimo, da se čez noč steklo počasi ohlaja.

4. vaja - PREIZKUS HIDROLIZE NA STEKLENEM DROBLJENCU

NAMEN VAJE

Preizkus je namenjen za določanje kemijske obstojnosti stekla z vročo vodo in ga uporabljamo za stekla, ki prihajajo v stik z vodnimi raztopinami. Določeno količino zdrobljenega stekla kuhamo v destilirani vodi. Po ohladitvi določimo izločeno množino OH^- in Na^+ ionov, ki nastanejo z raztapljanjem alkalijskih in zemeljskoalkalijskih oksidov iz stekla. Steklo razporedimo v hidrolizne razrede.

PRIBOR IN KEMIKA LIJE

- terilnica,
- dve siti (315 μm in 500 μm),
- filter papir,
- merilne bučke,
- erlenmajerica,
- polnilne pipete,
- bireta,
- vodna kopel,
- HCl ($c = 0,01 \text{ mol/L}$),
- NaCl ($c = 0,0254 \text{ g/L}$),
- indikator metilrdeče.

IZVEDBA VAJE

Vzorec stekla v terilnici zdrobimo (*obvezno uporabimo zaščitna očala*). Zdrobljeno steklo presejemo na sitih (zgoraj 500 μm , spodaj 315 μm) tako, da dobimo 2 g steklenega drobljenca, ki ostane med obema sitoma.

1. Določanje OH^- ionov in hidroliznega razreda

Vodno kopel pripravimo do vrenja. 2 g steklenega drobljenca damo v 50 mL bučko, nekajkrat speremo s 30 mL vode (bučko stresamo, nato vodo z ostanki finega steklenega prahu previdno odlijemo). Po zadnjem odlitju izpiralne vode, napolnimo bučko do začetka vratu z destilirano vodo. Bučko obesimo do polovice višine vratu v vrelo vodno kopel in začnemo meriti čas. Po (3 – 5) min doseže voda v bučki 93 °C. Šele takrat bučko zamašimo in jo pustimo 60 minut zaprto v vodni kopeli. Bučko ohladimo najprej na zraku in nato še pod tekočo vodo. Do oznake dopolnimo z destilirano vodo, dobro zmešamo in s polnilno pipeto v erlenmajerico odpipetiramo 25 mL te vode. Dodamo 2 kapljici indikatorja (metilrdeče) in titriramo z raztopino HCl ($c = 0,01 \text{ mol/L}$) do preskoka barve. Poraba kisline je za različne vrste stekla različna in znaša od $c = (0,2 - 1) \text{ mL}$ za 1 g steklenega drobljenca. Na osnovi porabe kisline pri titraciji, uvrstimo steklo v ustrezni hidrolizni razred (Tabela 4.1) in izračunamo količino izločenih OH^- ionov na gram steklenega drobljenca.

Tabela 4.1: Hidrolizni razredi.

Hidrolizni razred	Poraba HCl ($c = 0,01 \text{ mol/L}$) / mL
1	0 – 0,1
2	0,1 – 0,2
3	0,2 – 0,85
4	0,85 – 2,0
5	2,0 – 3,5

2. Določanje ionov alkalijskih kovin

Količino Na^+ ionov določimo s plamensko spektrometrijo in jo podamo, kot je navada pri analizi silikatov, z masno koncentracijo Na_2O v mg/L raztopine ali z masnim deležem z enoto $\mu\text{g/g}$ (na g steklenega drobljenca). Merimo pri valovni dolžini 588,5 nm.

Za analizo uporabimo preostanek ekstrakta po kuhanju na vodni kopeli, ki ga prefiltriramo v čašo. V 50 mL merilno bučko odpipetiramo 5 mL te raztopine in dopolnimo do oznake. Raztopine za umeritveno krivuljo si pripravimo iz standardne raztopine NaCl s koncentracijo 0,02542 g/L. V 100 mL merilne bučke s pomočjo birete odmerimo naslednje količine standardne raztopine in dopolnimo do oznake:

2	mL NaCl		0,269	mg/L Na_2O
4	mL NaCl		0,539	mg/L Na_2O
6	mL NaCl	kar ustreza:	0,809	mg/L Na_2O
8	mL NaCl		1,079	mg/L Na_2O
10	mL NaCl		1,348	mg/L Na_2O

Rezultat podamo kot količino izločenega Na_2O na gram steklenega drobljenca.

5. vaja - METALOGRAFSKA PREISKAVA KOVIN

a) IDENTIFIKACIJA JEKLA

NAMEN VAJE

Namen metalografske preiskave kovin je ugotoviti strukturne značilnosti kovin in zlitin, od katerih so odvisne njihove lastnosti in uporabnost. Med te značilnosti spadajo:

- tip strukture, vrste in razvrstitev strukturnih komponent, velikost kristalnih zrn ter izločkov,
- delež vrste, velikost in razvrstitev nekovinskih vključkov,
- razpoke, pore, mikrolunkerji in druge napake v kompaktnosti,
- izceja v zlitinah oziroma neenakomerna razdelitev legirnih elementov in nečistoč v zlitinah.

Metalografske preiskave so makroskopske in mikroskopske. Pri prvih opazujemo kovine s prostim očesom ali z lupo pod povečavo do približno 20 x. Za povečave do 2000 x uporabljamo optični mikroskop in za povečave do 100000 x elektronski mikroskop.

Vzorke jekel bomo opazovali z optičnim mikroskopom. Za mikroskopsko opazovanje je potrebno površino kovine skrbno zbrusiti, spolirati in zjedkati, sicer opazovanje kovine praktično ni možno. Vzorke kovine, na katerih opravimo metalografsko preiskavo, imenujemo obruške.

Mikrostruktura

Osnovni pogoj za uspešno mikroskopiranje je kvaliteten obruš. Glavne zahteve za površino, ki jo želimo opazovati so:

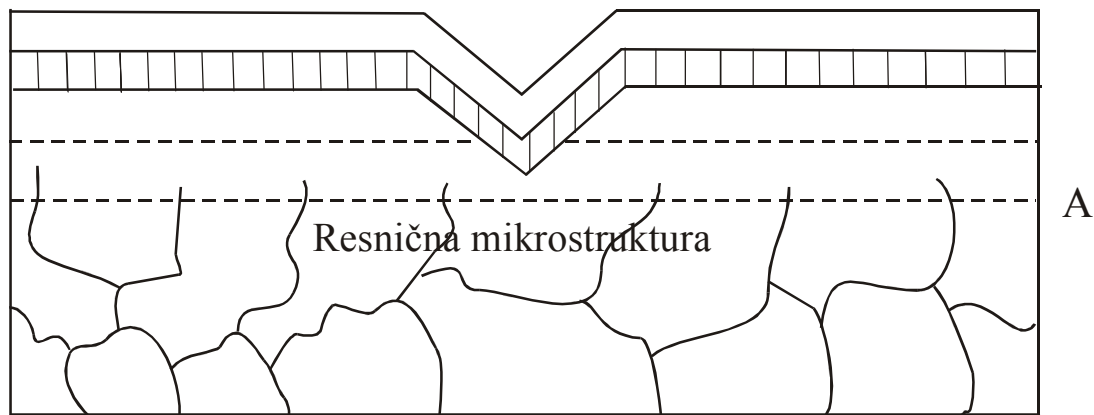
- odsotnost iztrganin in prask,
- površina ne sme biti valovita,
- odsotnost reliefa med mehкими in trdimi fazami.

Fino brušenje

Namen finega brušenja je odstranitev poškodovanih plasti, ki so nastale med rezanjem in grobo obdelavo vzorca. Ko odstranimo poškodovano plast vzorca, nastane nova plast poškodb, ki pa ni tako globoka kot prva. To novo plast odstranimo z uporabo finejšega brusilnega sredstva. Vzorec brusimo po stopnjah z vedno finejšim brusnim papirjem, dokler nismo sigurni, da bodo preostale poškodbe vzorca odstranjene med grobim poliranjem. Stopnje brusilnih papirjev, ki jih uporabljamo pri našem delu so 400, 600, 800, 1000, 1500 in 2000.

Poliranje

Na sliki 5.1 je prikazano stanje obruska po finem brušenju. Nastale poškodbe so manjše kot pred brušenjem. Če poliranje pravilno izvedemo, pridemo do linije A, ki predstavlja resnično mikrostrukturo.



Slika 5.1: Stanje obruska po finem brušenju.

PRIBOR IN KEMIKA LIJE

- brusni papir,
- nital,
- pinceta,
- glinica,
- vileda krpa.

IZVEDBA VAJE

Površino obruskov brusimo ročno na seriji brusnih papirjev. V industriji uporabljajo avtomatično rotacijsko ali vibracijsko brušenje, kar daje kvalitetnejše površine obruskov. Brusimo pod vodnim curkom. Za brušenje uporabljamo papirje, namenjene za fino brušenje kovin ali lesa. Brušenje pod curkom vode ima to prednost, da voda odplavlja trdne delce, iztrgane iz papirja ali obruska. S tem je zmanjšana možnost nastanka raz na površini obruska. Brušenje na suhih papirjih (odnašanje prahu z njih preprečimo s tem, da papir premažemo s parafinom) uporabljamo tam, kjer voda korodira brušeno površino ali pa reagira s posameznimi strukturnimi komponentami v kovini. Brušenje na suhih papirjih uporabljamo tudi pri pripravi obruskov iz mehkih kovin, npr. aluminija, svinca in njunih zlitin. Trde površine (npr. jeklo) dobijo lepo površino, če jih po brušenju strojno poliramo z glinico št. 1. pri hitrosti $(100 - 300) \text{ min}^{-1}$ (hitrost vrtenja polirnega koluta). Zelo mehke kovine lahko metalografsko poliramo samo ročno in brez pritiska. Poliranje ustvari na površini obruska mikrorelief, zaobli meje med različno trdimi komponentami mikrostrukture in iztrga iz kovine posamezne faze (npr. nekovinske vključke), zato naj bo čim krajše. Po poliranju površino obruska pod vodnim curkom temeljito operemo in posušimo.

Zadnja faza pri pripravi obruska je jedkanje. Jedkamo tako, da obrusek za nekaj minut potopimo v raztopino nitala (3 % raztopina HNO_3 v etanolu). Po jedkanju obrusek ponovno dobro osušimo.

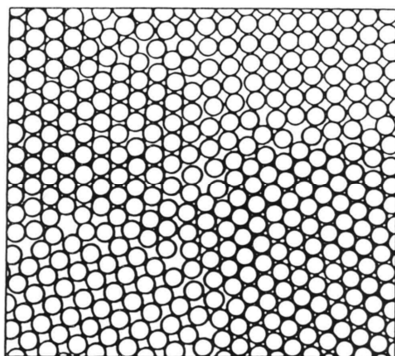
Mikroskopiranje

Mikroskop je sestavljen iz objektiva, tubusa, okularja, stativa z mikroskopsko mizico in naprave za osvetljevanje. Z mikroskopom opazujemo površino kovin v odbojni svetlobi. Pred delom naravnamo oba obroča za nastavitev dioptrije in nastavimo ustrezno povečavo. Obrusek postavimo na mikroskopsko mizico in izostrimo sliko. Sliko primerjamo s fotografijami in na tak način identificiramo jeklo.

b) DOLOČANJE VELIKOSTI ZRNA

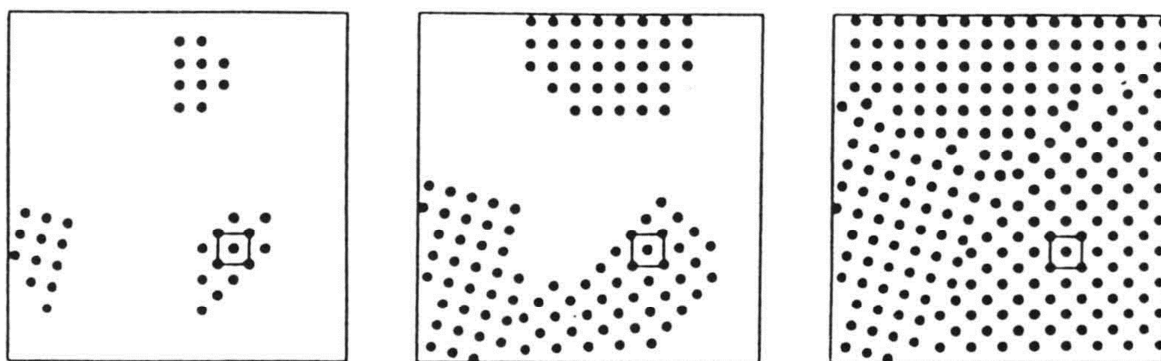
NAMEN VAJE

V posebnih primerih so gradiva sestavljena le iz enega samega kristala, največkrat so sestavljena iz velikega števila kristalov. Znotraj kristalnih zrn so atomi razporejeni v kristalno mrežo določene usmerjenosti: zrno lahko ima enako kristalno mrežo, vendar različno orientacijo. Področje stika dveh kristalnih mrež imenujemo kristalno mejo (slika 5.2). Atomi na kristalni meji imajo manj sosedov, kot atomi znotraj zrn. Za združevanje atomov je energija potrebna, pri razdružitvi se sprošča. Zato imajo atomi na kristalni meji več energije kot znotraj zrna - so bolj reaktivni.



Slika 5.2: Kristalna zrna in kristalne meje.

Na sliki 5.3 je prikazana rast kristalnih zrn. Gostota atomov na kristalni meji je manjša, kot v kristalnih zrnih, zato legirni elementi ali drugi atomi lažje difundirajo skozi kristalne meje.



Slika 5.3: Rast kristalnih zrn.

Velikost in oblika kristalnih zrn vplivata na mehanske lastnosti gradiva. Vpliv lahko zasledujemo, v kolikor poznamo parametre za določanje velikosti zrna. Premer zrna je sicer koristen podatek, vendar ga je z opazovanjem pod mikroskopom težko določiti. V ta namen imamo ASTM standard oz. GS število (Grain size number) za primerjavo z opazovanjem pod mikroskopom pri 100 x povečavi (tabela 5.1).

Tabela 5.1: Ocena velikosti kristalnih zrn.

Velikost kristalnega zrna GS	Število zrn/in ² pri 100 x povečavi (srednja vrednost)	Število zrn/in ² pri 100 x povečavi (območje)
1	1	–
2	2	1,5 – 3
3	4	3 – 6
4	8	6 – 12
5	16	12 – 24
6	32	24 – 48
7	64	48 – 96
8	128	96 – 192

Velja zveza:

$$N = 2^{n-1} \quad 4.1$$

kjer je N število zrn na in² pri 100 x povečavi in n GS število.

Naslednji pomemben podatek za gradivo je gostota površine kristalnih meja:

$$\frac{A}{V} = \frac{2 \cdot N}{l} \quad 4.2$$

kjer je N/l dolžinska gostota presečišč med kristalnimi mejami in črto, ki jo narišemo na mikroskopskem posnetku.

V tabeli 5.2 so podani parametri, odvisni od velikosti kristalnega zrna v realnem stanju.

Tabela 5.2: Parametri, odvisni od velikosti kristalnega zrna.

Velikost kristalnega zrna GS	Število zrn/mm ²	Število zrn/mm ³	Število zrn/10cm ² pri 100 x povečavi
0	8	16	0,56 – 1,2
1	16	45	1 – 2,4
2	32	128	2 – 5
3	64	360	4 – 10
4	128	1020	8 – 20
5	256	2900	16 – 40
6	512	8200	32 – 80
7	1024	23000	64 – 160
8	2048	65000	128 – 320
9	4096	185000	156 – 640
10	8200	520000	512 – 1280

IZVEDBA VAJE

Za določanje velikosti zrna moramo poznati površino vidnega polja mikroskopa pri določeni povečavi. V ta namen mikroskop najprej umerimo. V okular vstavimo posebno steklo z merilno skalo črne barve (skala okularja). Pod objektiv položimo steklo z rumeno skalo (skala objektiva). Pogledamo skozi mikroskop in po navodilih asistenta odčitamo parametra I_{ob} in I_{ok} , ki ju potrebujemo za izračun razdalje med dvema črticama črne skale I :

$$I = \frac{I_{ob} \cdot 10 \mu m}{I_{ok}} \quad 4.3$$

Ker je na črni skali 80 črtic, dobimo premer vidnega polja tako, da pomnožimo razdaljo med dvema črticama z 80. Iz znanega premera nato izračunamo površino vidnega polja.

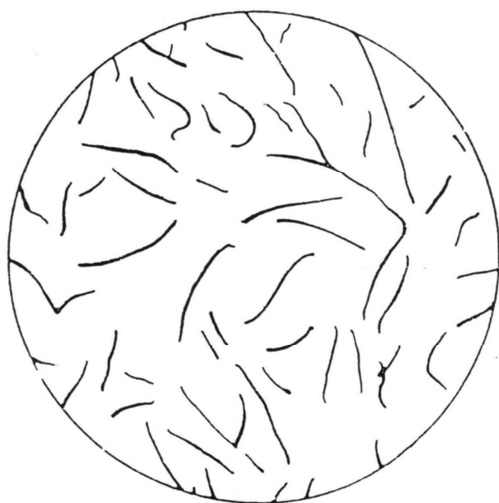
Vzorec nodularne litine NL (siva litina s kroglastim grafitom) s kemično sestavo:

C = 3,75 %	S = 0,009 %	Mg = 0,04 %	Mn = 0,37 %
Si = 2,39 %	Cu = 0,05 %	Ni = 0,17 %	

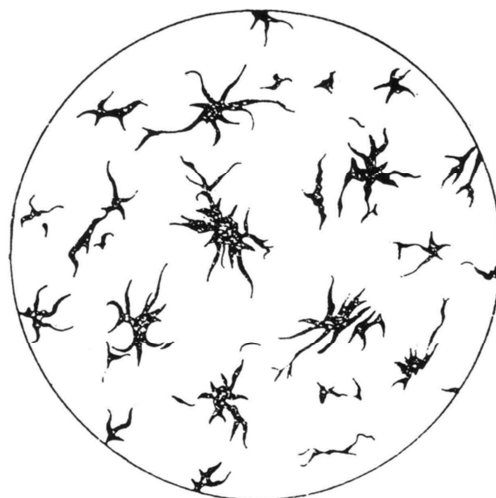
opazujemo pod mikroskopom pri 500 x povečavi. Preštejemo cela zrna znotraj vidnega polja in število zrn, ki sekajo krožnico. Določimo:

- velikost kristalnega zrna (tabeli 5.1 in 5.2),
- gostoto površine kristalnih meja,
- usmerjenost in obliko zrna (na osnovi priloženih slik) in
- vsebnost C v jeklu (skripta Gradiva).

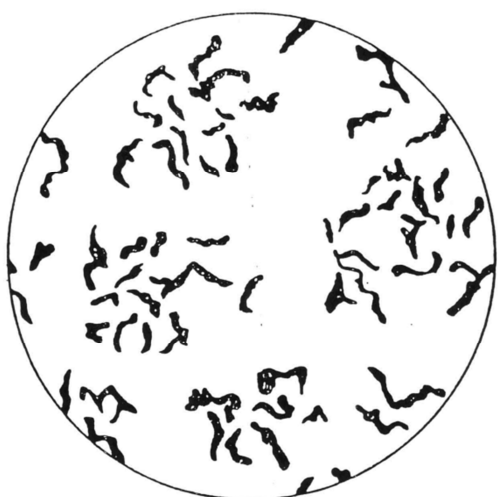
1. Oblika kristalnih zrn



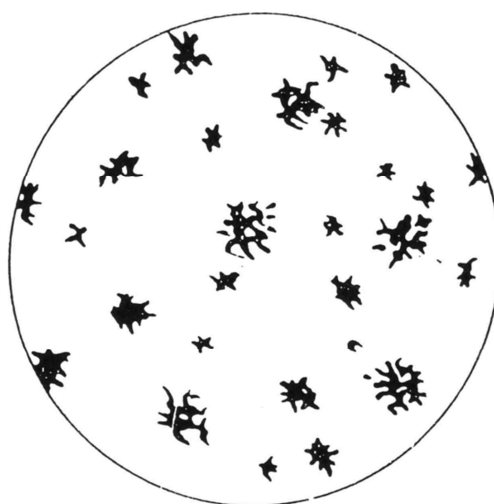
listnata



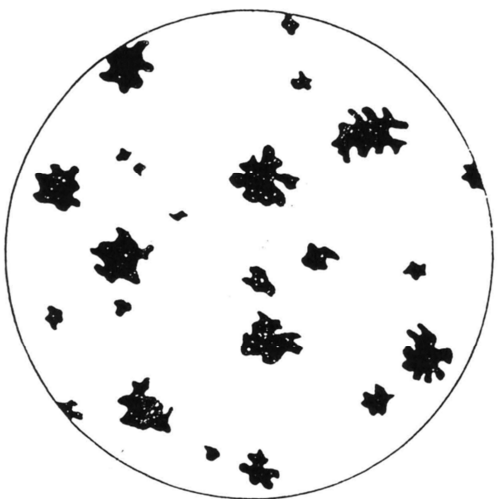
pajkasta



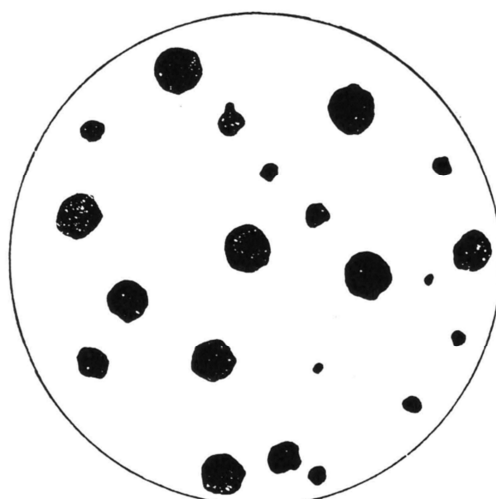
črvičkasta



kosmičasta

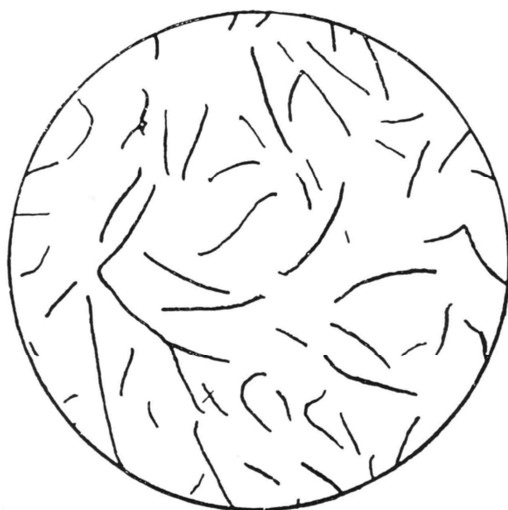


nepopolno zrnata



popolno zrnata

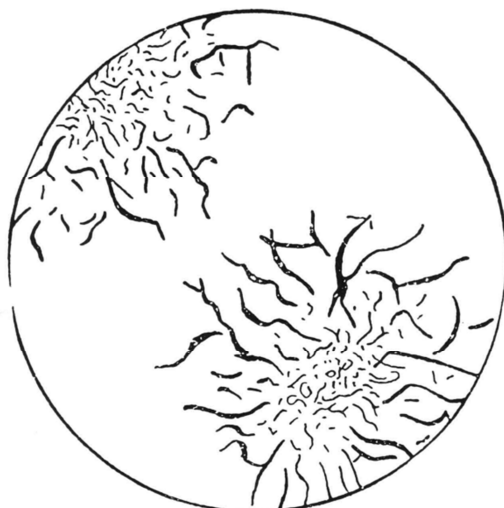
2. Usmerjenost kristalnih zrn



enakomerna



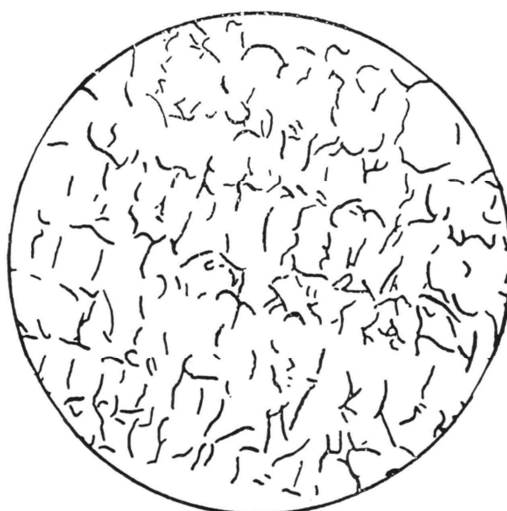
mešana



rožasta



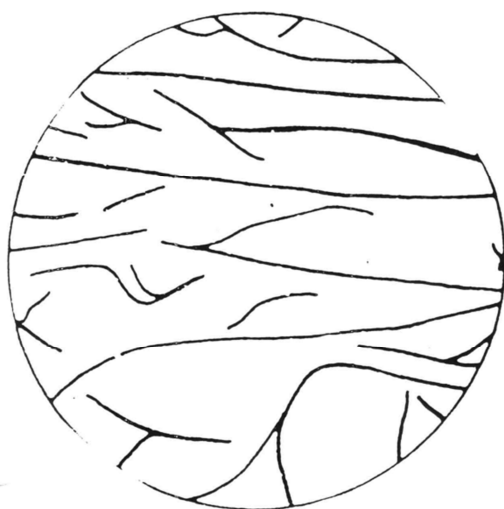
neusmerjena



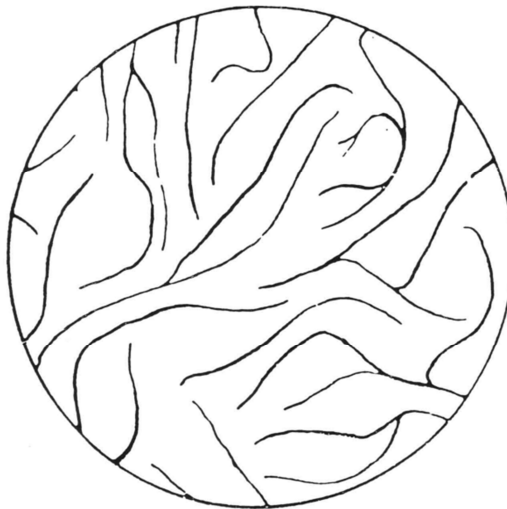
usmerjena

3. Velikostni razredi grafitnih zrn pri 100 x povečavi

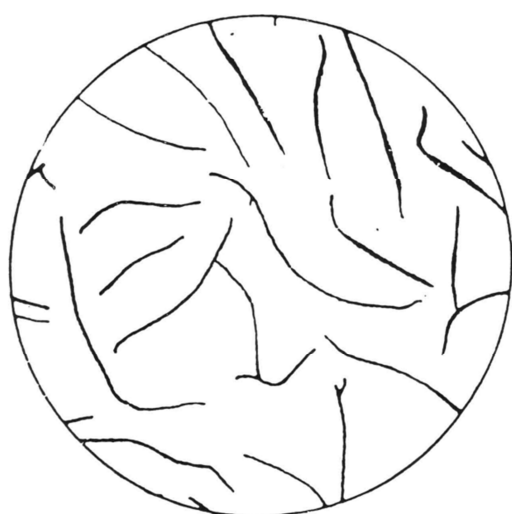
a) Lamelle



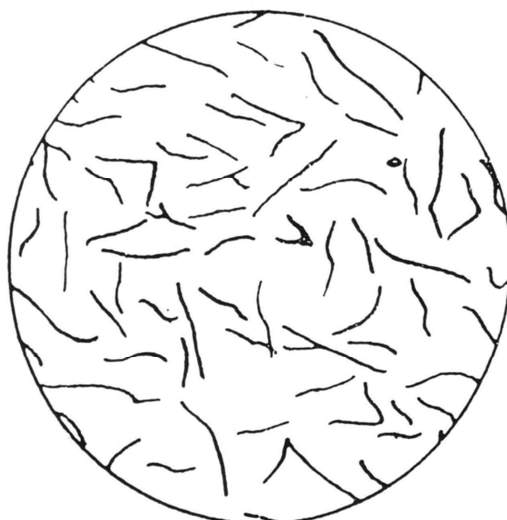
1



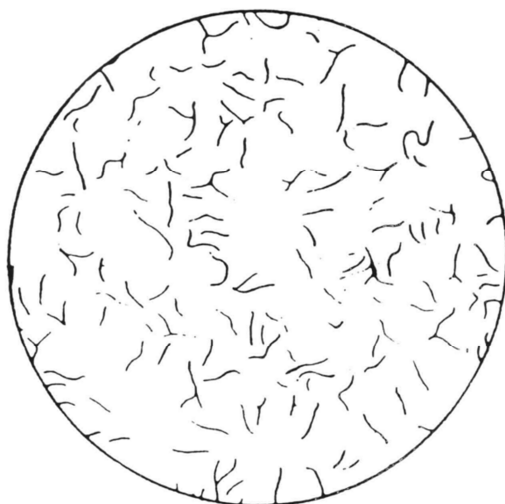
2



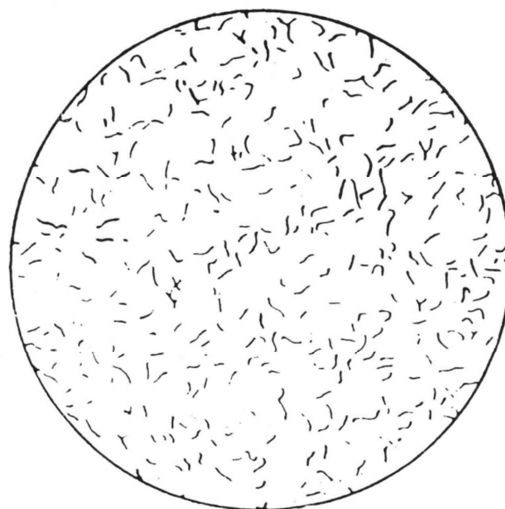
2



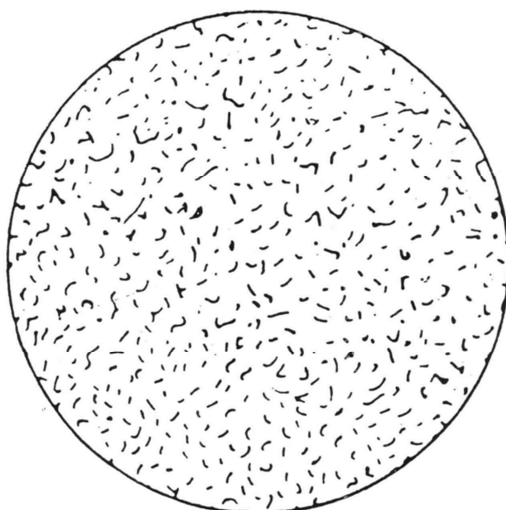
4



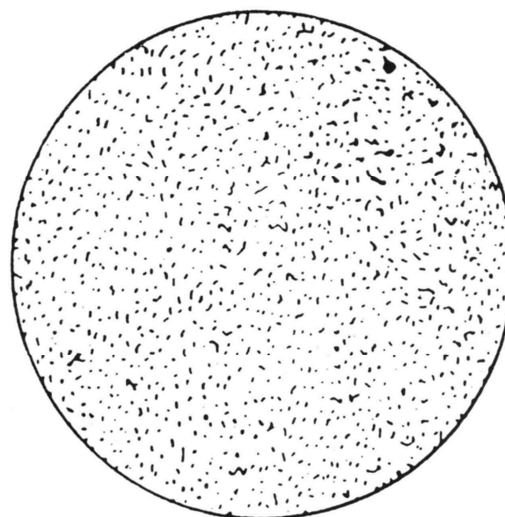
5



6

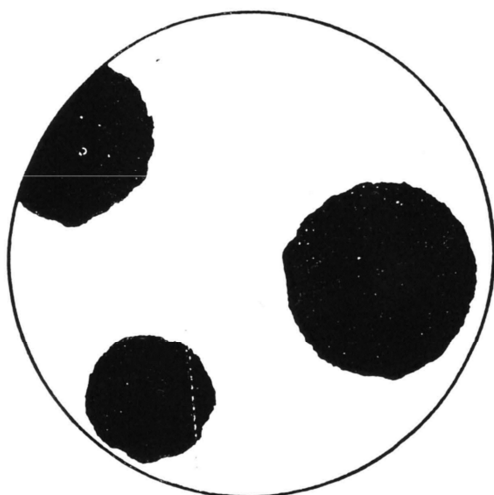


7

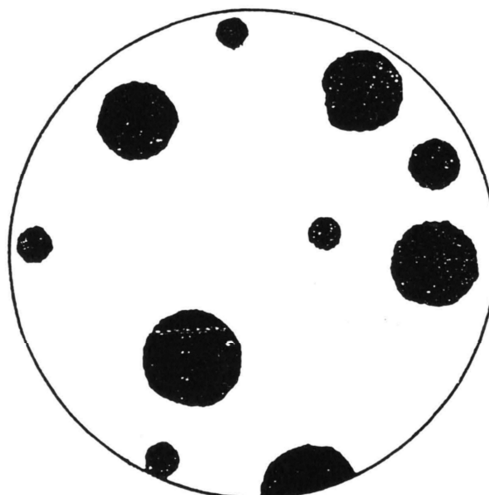


8

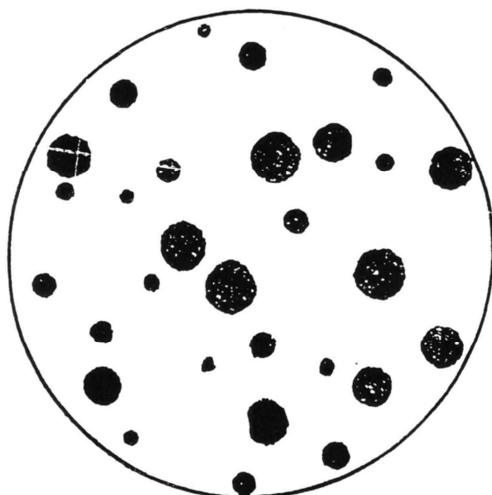
b) Nodule



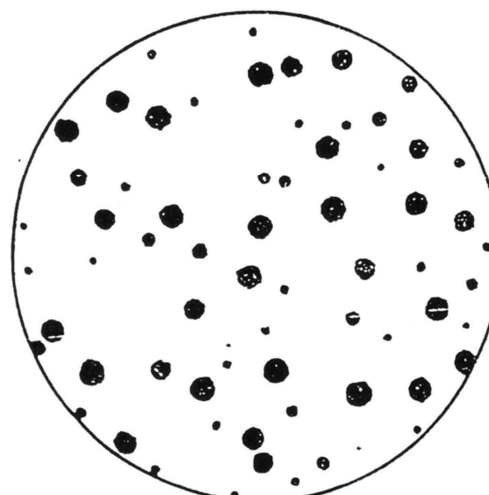
1



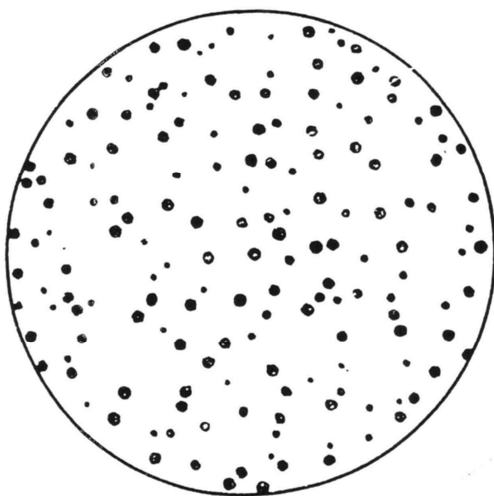
2



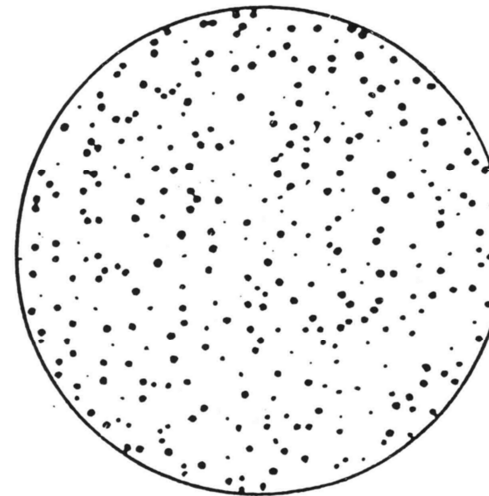
3



4



5



6