

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 307

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 06 11 81
(21) PV 8202 - 81

(51) Int. Cl.³ G 01 N 1/28

(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 01 12 84

(75)
Autor vynálezu

ŠTOREK FRANTIŠEK ing.,
KODL VÁCLAV, PRAHA

(54)

Způsob přípravy vzorků pro analýzu technologických povrchů
kovových materiálů pomocí elektronového mikroanalyzátoru

Vynález se týká přípravy vzorků, zejména pro analýzu povrchu kovových materiálů pomocí mikrosondy neboli elektronového mikroanalyzátoru.

Kvantitativní chemická analýza pomocí mikrosondy se provádí téměř výhradně na dokonale vyleštěných rovinných výbrusech kovových i nekovových vzorků. Analýza vzorku na příčném řezu v těsné blízkosti povrchu do vzdálenosti až 5 i více μm od povrchu, bývá zatížena značnými chybami z různých běžně známých důvodů. Např. liniová analýza od povrchu do středu vzorku prováděná na příčném výbrusu, vykazuje v těsné blízkosti povrchu výrazný pokles koncentrace všech prvků, který ovšem neodpovídá skutečné koncentraci. Přímá analýza členitého povrchu vzorků je zatížena značnými chybami pro jeho morfologickou makro- i mikronerovnost. Tak například nelze přímo kvantitativně analyzovat složení povrchu mořené ocelové trubky vzhledem k jejímu zakřivení i nerovnoměrně hlubokému naleptání apod. Přímou analýzou vzorku zde rozumíme případ, kdy elektronový svazek dopadá kolmo na členitý povrch analyzovaného vzorku a nikoli na metalografický výbrus.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy vzorků pro analýzu ^{metalografických} povrchů kovových materiálů pomocí elektronového mikroanalyzátoru, podle vynálezu. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se vzorek vloží mezi dvě metalograficky vyleštěné destičky o tvrdosti 63 až 66 HRC, které se k sobě tlakem 20 až 50 kg/mm^2 přitlačí. Po docíleném vyrovnání povrchu vzorku se destičky rozevřou a vzorek se vyjme.

Způsobem přípravy vzorků pro přímou analýzu na mikrosondě podle vynálezu se vyrovnají makro- i mikronerovnosti povrchu do roviny tak, že analýza je možná. Vyrovnání makro- i mikronerovností povrchu vzorku se dosáhne stlačením vzorku mezi dvěma destičkami z velmi tvrdé oceli, jejichž povrch je vyleštěn na jakost metalografického výbrusu. Pro běžné ocelové vzorky se vhodné tla-

ky pohybují v rozmezí 20 až 40 kg/mm² povrchu stlačovaného vzorku. Optimální tlak je takový, při kterém ještě nezačal stlačovaný materiál téci do stran.

Výhodou tohoto způsobu přípravy vzorků pro elektronovou mikroanalýzu je dosažení rovinného vzorku s morfologickými nerovnostmi povrchu menšími než 1 μm bez odbroušení či většího poškození povrchu určeného k analýze. Další výhodou je možnost přímé kvantitativní analýzy povrchu do hloubky podle zvoleného urychlovacího napětí, tj. tenké povrchové vrstvičky v tloušťce např. cca 1 μm podle chemického složení vzorku.

Způsobem podle vynálezu byly připraveny příkladně rovinné povrchy s metalografickou kvalitou pro elektronovou mikroanalýzu ze vzorků trubiček austenitických ocelí typu 13 % chróm, 13 % nikl, 3 % molybden, 0,05 % uhlík, 0,5 % mangan, 0,2 % křemík, které byly exponovány 1000 hod v tekutém sodíku při teplotě 500 °C. Vzorky trubiček o rozměru cca 3 x 10 mm byly stlačeny mezi dvěma zrcadlově vyleštěnými destičkami z rychlořezné oceli o tvrdosti 65 HRC. Stlačení bylo provedeno na trhacím stroji tlakem 30 kg/mm² povrchu stlačovaného vzorku. Dosáhlo se tím vyrovnaní původně zakřivené trubičky a vyrovnaní drobných nerovností na povrchu vzorku. Po tomto vyrovnaní byly nerovnosti menší než 1 μm, takže bylo možno vzorek po jeho vyjmutí z destiček analyzovat na mikrosondě obvyklými postupy běžnými na metalografických výbrusech.

Způsob přípravy povrchu vzorků pro analýzu na elektronovém mikroanalýzátoru podle vynálezu je vhodný především pro technologické povrchy kovových vzorků.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

225 307

Způsob přípravy vzorků pro analýzu technologických povrchů kovových materiálů pomocí elektronového mikroanalyzátoru, vyznačující se tím, že vzorek se vloží mezi dvě metalograficky vyleštěné destičky o tvrdosti 63 až 66 HRC, které se k sobě tlakem 20 až 50 kg/mm² přitlačí a po docíleném vyrovnání povrchu vzorku se destičky rozevřou a vzorek se vyjme.