



Przemysław RANACHOWSKI, Feliks REJMUND

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, Warszawa

Metody mikroskopowe w badaniach właściwości struktury ceramicznych tworzyw elektrotechnicznych

Streszczenie. Praca przedstawia współczesne możliwości wykorzystania technik mikroskopowych w badaniach porcelan elektrotechnicznych. Opisano procedurę wycięcia próbki z większego elementu oraz przygotowanie powierzchni do analizy mikroskopowej. Porównano możliwości klasycznej mikroskopii optycznej (MO) oraz skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) w badaniach struktur porcelan elektrotechnicznych. Przedstawione przykłady badań mikroskopowych dotyczą porcelany kwarcowej C 110 oraz wysokoglinowej o dużej wytrzymałości C 130.

Abstract. (Microscopic methods used in investigation of properties of ceramic electrotechnical materials). The paper presents modern possibilities using of microscopic analysis in electroporcelain investigation. Procedures of cutting out sample from bigger object as well as preparing of surface for microscopic analysis were described. Classical optical microscopy (MO) and scanning electron microscopy (SEM) applied to study of properties of electroporcelains were compared. Example results of investigation of quartz C 110 and aluminous C 130 materials were presented.

Słowa kluczowe: porcelana elektrotechniczna, mikroskopia optyczna, skaningowa mikroskopia elektronowa.

Keywords: electrotechnical porcelain, optical microscopy, scanning electron microscopy.

Wstęp

Techniki mikroskopowe należą do najważniejszych metod badania tworzyw ceramicznych: glinokrzemianowych, tlenkowych oraz nietlenkowych. Dotyczy to zarówno tworzyw pozbawionych defektów struktury, kształtek zawierających wady, jak i próbek pobranych z elementów np. izolatorów po różnym okresie pracy. W tym ostatnim przypadku, gdy materiał narażony jest na rozmaite formy sił destrukcyjnych, działających często w wieloletnich przedziałach czasowych, wymagany jest szczególny rodzaj preparatyki. Przewiduje się, że wieloletnie oddziaływania sił fizycznych i niekiedy czynników chemicznych pozostawiają w tworzywie widoczne ślady. Tymczasem, na początku badań trudno jest ocenić rodzaj i skalę zdefektowania tworzywa. Nakazuje to szczególną ostrożność w traktowaniu tworzywa na każdym etapie przygotowania i samych badań. Procedury przygotowawcze nie mogą bowiem zniekształcić rzeczywistego obrazu efektów starzeniowych.

Proces badań strukturalnych tworzywa rozpoczyna się pobraniem próbki z obiektu. Zazwyczaj wyrób znacznie przewyższa objętościowo próbkę, która potrzebna jest do badań. Dlatego też, najczęściej stosowaną metodą pozyskania próbki jest odcięcie jej z wyrobu. Stosuje się w tym celu piły szerokotarcowe z zewnętrznym nasypem diamentowym. Grubość takich pił jest rzędu milimetrów, natomiast ziarno diamentowe ma granulację czynną (wystającą ponad osnowę) rzędu $d = 90 \mu\text{m}$. Biorąc pod uwagę fakt, że ziarno ostrza deformuje mechanicznie strukturę przecinanego materiału na głębokość nie mniejszą niż 2,5 d , powierzchnia zdefektowana zostaje na głębokość około 230 μm . Występuje ponadto wysokogradientowe pole termiczne obszaru cięcia oraz efekt wibracji. Oczekiwać zatem można uszkodzeń przypowierzchniowej warstwy cięcia na poziomie milimetrów. Obszar ten musi być całkowicie wyłączony z badań.

Przygotowanie zglądu

Prawidłowe przeprowadzenie badań mikroskopowych wymaga przygotowania powierzchni obserwacyjnych, czyli tzw. zglądów. Mniejsze fragmenty tworzyw ceramicznych można ciąć na próbki przeznaczone do obserwacji precyzyjnymi piłami z wewnętrznym nasypem diamentowym. Średnia grubość takich pił nie przekracza

0,5 mm, a diamentowe ziarno w nich użyte ($60 \div 90 \mu\text{m}$), nie wystaje ponad spoiwo więcej niż 30 μm . Stąd też, warstwa uszkodzona cięciem, uwzględniając gradienty termiczne i drgania, nie przekracza grubości 200 μm . Po cięciu powierzchnie zawierają niekiedy wykruszenia elementów struktury. Często nie wykazują również płaskorównoległości - cechy niezbędnej do prawidłowego polerowania próbek. Wówczas stosuje się operację szlifowania. Współcześnie, szlifowanie prowadzone jest na tarczach szklanych bez tkaniny, z wykorzystaniem wodnych zawiesin środków poślizgowych i proszków ściernych - najczęściej SiC - o granulacji $1 \div 5 \mu\text{m}$. W trakcie szlifowania usuwa się całą warstwę materiału uszkodzoną wcześniej wskutek cięcia. Niemniej, operacja szlifowania również wprowadza defekty na głębokość około 20 μm . Najistotniejszą wadą szlifowania, zwłaszcza w odniesieniu do zestarzonych tworzyw ceramicznych, które często zawierają pory i znaczną ilość osnowy szklistej, jest zjawisko związane z wbijaniem się ziaren ściernych w strukturę materiału. W takim przypadku usuwa się ziarna ściernie myjąc powierzchnie w wodnych roztworach detergentów o zasadowym odczynie ($\text{pH} \geq 12$), w polu ultradźwiękowym. W przypadku zestarzonego tworzywa operacja mycia z zastosowaniem płuczki ultradźwiękowej jest o tyle ryzykowna, że może ona pogłębić defekty, które są przedmiotem badań. Dlatego też, najczęściej stosuje się międzyoperacyjne trawienie powierzchni tworzywa w 4 - 5% wodnym roztworze kwasu fluorowodorowego. Trawienie takie powoduje usunięcie około 20% grubości warstwy uszkodzonej szlifowaniem i jednocześnie wbitych ziarn materiału ściernego. Ostatnim etapem preparatyki tworzyw ceramicznych jest proces polerowania powierzchni obserwacyjnej, zarówno dla potrzeb mikroskopii optycznej jak i elektronowej odbiciowej.

W preparatyce glinokrzemianowych tworzyw ceramicznych, jak i materiałów jednofazowych, preferuje się wykorzystanie do polerowania olejowych zawiesin diamentowych proszków ściernych. Proces polerowania jest wieloetapowy - stosuje się kolejne fazy z udziałem coraz drobniejszej frakcji diamentowego ścierniwa, poczynając od 1 μm . Należy podkreślić, że ten sposób polerowania ma charakter czysto mechaniczny. Z punktu widzenia fizyki procesów zachodzących w czasie jego trwania, niczym nie

różni się od szlifowania. Tego typu polerowanie zazwyczaj kończy się na frakcji diamentowej o granulacji $0.25\ \mu\text{m}$. Odpowiada to wielkości ziarn równej w przybliżeniu średniej grubości spękań, jakie często obserwuje się w zestarzonych tworzywach ceramicznych. W związku z tym, taki rodzaj polerowania może być mało efektywny, jeśli celem badań jest analiza defektów wynikających z procesów starzeniowych materiału ceramicznego. Powyższy sposób polerowania określa się mianem optycznego, to jest takiego, które dopuszcza obecność rys na powierzchni, której chropowatość pozostaje na poziomie mikronów.

Nowocześniejszy sposób polerowania tworzyw ceramicznych określane jest jako proces mechaniczno-chemiczny. Jest on oparty na technologii przygotowania podłoża stosowanej dla materiałów półprzewodnikowych, dla których jakość powierzchni mierzona mikrochropowatością wymagana jest na poziomie pojedynczych nanometrów. Rolę mechanicznego czynnika polerującego pełni koloidalny roztwór krzemionki – SiO_2 , o wielkości cząstek nie większej obecnie niż $50\ \text{nm}$. Jako czynnik aktywny chemicznie wykorzystywany jest zazwyczaj chloran (I) sodu – NaClO . Medium polerujące alkalizowane jest KOH do poziomu $\text{pH} \approx 13,5$. Mieszanina taka służy przede wszystkim do polerowania materiałów monokrystalicznych. Proces wykonywany jest na specjalnych wysokoporowatych tkaninach poliuretanowych. Szybkość polerowania tworzyw ceramicznych pozostaje na poziomie $1\ \mu\text{m}/\text{min}$. Mechanizm polerowania mechaniczno-chemicznego polega na radykalnym zmniejszeniu sił wiązań chemicznych w obszarze kilku warstw atomowych (w granicach $20\ \text{nm}$), a następnie mechanicznym usunięciu luźno zespolonej warstwy w drodze oddziaływań mechanicznych. Jakość powierzchni uzyskiwanych z wykorzystaniem tej metody jest nieporównywalnie lepsza niż przy konwencjonalnym polerowaniu na mediach diamentowych. Należy zaznaczyć, że przygotowanie preparatu tworzywa ceramicznego metodą polerowania mechaniczno-chemicznego, nawet przy usuwaniu przez ostrożność głębokiej warstwy – około $200\ \mu\text{m}$ – nie trwa dłużej niż polerowanie konwencjonalne – $3,5$ godziny. Dzięki wykorzystaniu tej techniki polerowania, można mieć pewność, że uzyskane powierzchnie obserwacyjne zestarzonych tworzyw ceramicznych są jedynie w nieznacznym stopniu zniekształcone w wyniku procesów obróbki. Ponadto delikatny mechanizm mechanicznego usuwania kolejnych warstw tworzywa pozwala ujawnić wszelkie subtelne defekty starzeniowe.

W przypadku ceramicznych materiałów glino-krzemianowych, z opisanych powyżej względów, często rezygnuje się ze szlifowania i tradycyjnego polerowania na diamentowych proszkach ściernych. Po delikatnym cięciu piłą z wewnętrznym nasypem diamentowym, warstwa zdefektowana niewiele przekracza $100\ \mu\text{m}$. Stosując od razu polerowanie mechaniczno-chemiczne, usuwa się około $200\ \mu\text{m}$. Należy jednak nadmienić, że zbyt długo prowadzony proces polerowania może negatywnie wpłynąć na jakość zglądu, powodując powstanie wgłębień w miejscach, gdzie występują fazy o mniejszej twardości.

Mikroskopia optyczna

Mikroskopia optyczna (MO) obejmuje badania w świetle odbitym, odbitym spolaryzowanym oraz przechodzącym. Opiera się ona na wykorzystaniu widzialnego pasma światła - w zakresie fal o długości $0,36 \div 0,78\ \mu\text{m}$. Do badań wykorzystuje się obecnie mikroskop optyczny sprzężony z komputerowym analizatorem obrazu. Stosowana moc obiektywu zawiera się w szerokim przedziale od 1 do 50 razy. W przypadku glinokrzemianowych tworzyw

elektrotechnicznych wystarczająca jest rozdzielczość na poziomie $10^{-1}\ \mu\text{m}$. Wykorzystywana jest zatem najczęściej moc obiektywu równa $10 - 20$ razy. Ilościowe pomiary zawartości poszczególnych faz, a także wielkości ziarn i porów z obróbką statystyczną, wykonywane są metodą zliczeniową w kontraście interferencyjno-fazowym Nomarskiego [1]. Użycie kontrastu powoduje wyróżnienie poszczególnych faz czerepu. Fazy krystaliczne - w różnych odcieniach szarości - oraz czarne pory i obszary wykruszeń zostają wyraźnie uwidocznione na tle jednolitej osnowy szklisto-mulitowej. Pozwala to na ocenę jednorodności materiału i stopnia przereagowania surowców. Widoczne jest przestrzenne rozłożenie faz, a zatem tekstura tworzywa.

Lekkie trawienie powierzchni próbek, zwyczajowo stosowane przy badaniach w świetle odbitym, uwidacznia granice poszczególnych ziarn i wydzielen. Jest to konsekwencją niższej odporności chemicznej, a zatem łatwiejszego wytrawiania obszarów granicznych. Występujący tam układ atomów wykazuje brak uporządkowania i wyższą energię wewnętrzną. Także obszary wewnętrznych naprężeń, będące konsekwencją wad technologicznych, ulegają szybszemu wytrawieniu. Z uwagi na to, że obszary silniej wytrawione położone są poniżej powierzchni zglądu, powodują większe rozpraszanie światła. Wydają się przez to ciemniejsze i lepiej wyróżniają się z otoczenia. Stąd też materiał drobnokrystaliczny wydaje się być ciemniejszy niż to samo tworzywo, lecz grubokrystaliczne - zawierające duże ziarna.

Analiza parametrów porowatości, obejmująca zawartość, kształt oraz rozłożenie inkluzji gazowych, prowadzona jest najczęściej bez kontrastu interferencyjno-fazowego Nomarskiego. Oznacza to wykorzystanie światła odbitego spolaryzowanego. Odpowiednia polaryzacja lub ciemne pole oświetlenia uwidacznia czarne pory i obszary wykruszeń na tle czerepu o jednolitym szarym zabarwieniu. Wyróżniają się przy tym jasne granice obszarów położonych poniżej poziomu zglądu. Ułatwia to obserwację i poprawia dokładność pomiarów. Nie jest również potrzebna, stosowana jeszcze do niedawna, dekoracja czernią węglową badanej powierzchni tworzywa.

O ile badania w świetle odbitym umożliwiają jedynie monochromatyczną obserwację zglądu, o tyle badania w świetle przechodzącym pozwalają na analizę barwnego obrazu. Daje to możliwość bardzo dokładnej obserwacji poszczególnych ziarn i wydzielen faz krystalicznych oraz porów. Szczególnie dobrze uwidocznione są wszelkie inkluzje i zanieczyszczenia materiału, pęknięcia na granicy oraz wewnątrz ziarn, spękania wydzielen i osnowy, a także punkty ich inicjacji. Pęknięcia widoczne są trójwymiarowo, co jest pomocne zwłaszcza przy analizie procesów starzeniowych. Łatwa jest również ocena stopnia ostepienia i przereagowania drobin różnych surowców. Najlepszy efekt osiąga się przy jednoczesnym zastosowaniu kontrastu interferencyjno-fazowego oraz polaryzacji światła. Metoda badań w świetle przechodzącym wiąże się jednak z uciążliwą preparatyką próbek i stosowana jest bardzo rzadko. Cienkie płytki tworzywa o centymetrowych rozmiarach, przyklejone do szkiełka preparatowego, poleruje się bowiem do osiągnięcia grubości zaledwie kilkudziesięciu mikrometrów, co umożliwia transmisję światła.

Skaningowa mikroskopia elektronowa

Skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM) opiera się na wykorzystaniu ukierunkowanej wiązki elektronów, które tworzą obraz powierzchni badanej próbki, omiatając ją linia po linii. Przy zapisywaniu obrazu o typowej rozdzielczości 1024×760 pikseli skanowanie trwa zwykle kilkadziesiąt sekund. Dla uzyskania wysokiej rozdzielczości i dużej liczby

pikseli, konieczne jest powolne skanowanie, trwające nawet kilkadziesiąt minut. Możliwość regulacji napięcia przyspieszającego elektrony pozwala na uzyskanie szerokiego przedziału powiększeń – rzędu od 10^1 do 10^5 razy. Zwiększenie napięcia na cewkach przyspieszających elektrony powoduje obniżenie długości fali, podwyższenie głębokości przesświetlanej warstwy i wzrost zdolności rozdzielczej mikroskopu. O granicznej zdolności rozdzielczej mikroskopu elektronowego decydują w praktyce niedoskonałości układu optycznego i elektronicznego. Zmieniając energię wiązki elektronów regulować można głębię ostrości obrazu. Z uwagi na zastosowanie określonej długości fali uzyskiwane obrazy są czarno-białe. Technika SEM daje możliwość badania próbek o bardzo małych wymiarach, z rozdzielczością rzędu od 10^{-1} mikrometrów do kilku nanometrów. Zastosowanie różnych detektorów pozwala na uzyskanie wszechstronnych danych odnośnie składu fazowego, tekstury, krystalograficznej struktury poszczególnych faz, a nawet składu chemicznego składników czerepu (mikrosonda elektronowa). Uzyskanie tych informacji jest stosunkowo szybkie, a otrzymane obrazy cyfrowe mogą podlegać dalszej analizie.

Metoda SEM odgrywa bardzo istotną rolę w badaniach tworzyw ceramicznych. Tym bardziej, że nie zawsze potrzebne jest przygotowanie złądów (przy obserwacji przełamów). Uzyskiwana trójwymiarowość obrazu jest szczególnie cenna w badaniach tworzyw o złożonej budowie fazowej – zwłaszcza materiałów glinokrzemianowych. Duże powiększenia obrazów SEM dają możliwość szczegółowej analizy pojedynczych elementów struktury, jak inkluzje gazowe lub relikty minerałów ilastych, kwarcu albo topników. Pozwala to na ocenę zaawansowania procesów technologicznych oraz ustalania się stanów równowagi, szczególnie podczas spiekania masy.

Materiały ceramiczne mają z zasady charakter dielektryków. Odprowadzenie nadmiaru elektronów, które uległy wzbudzeniu wiązką skanującą, wymaga pokrycia badanej powierzchni cienką warstwą przewodnika, o grubości rzędu najczęściej kilkudziesięciu nanometrów. W praktyce stosuje się pokrycie powierzchni próbki materiałem przewodzącym, w specjalnych napyłarkach próżniowych. Najczęściej wykorzystywanym materiałem pokryciowym jest węgiel. Szczególnie wówczas, gdy badane są wnętrza inkluzji gazowych lub przełamy, wymagające pokrycia złożonych powierzchni o dużym stopniu rozwinięcia. Do pokrywania bardziej płaskich powierzchni stosuje się również mniej kłopotliwe w napyłaniu aluminium. Złoto, które dobrze uwidacznia granice faz, znajduje często wykorzystanie przy preparatyce złądów.

Oddzielnym problemem jest napyłanie powierzchni zawierających pęknięcia. Analiza spękań, dobrze widocznych w mikroskopii optycznej, jest w przypadku techniki SEM bardzo utrudniona. Otrzymywane obrazy odznaczają się dużą głębią i pęknięcia przestają być widoczne wśród licznych odcieni szarości. Uwidocznienie spękań wymaga specjalnego doboru materiału pokryciowego i parametrów jego nanoszenia. Zależy to bowiem od rodzaju tworzywa, szerokości szczelin, sposobu przygotowania powierzchni, porowatości oraz lokalnych nieciągłości w zewnętrznej warstwie. Chcąc najlepiej uwidocznić subtelności powierzchni używa się grafitu.

Zmienna geometria ustawienia detektorów, w połączeniu z wysoką ich czułością, umożliwia rozseparowanie widma elektronowego na odbite oraz wtórne. Do badania budowy fazowej powierzchni tworzywa wykorzystywane są elektrony wtórne. Są one emitowane z atomów, które uległy wzbudzeniu w czasie bombardowania elektronami wiązki

skanującej. Ze wzrostem energii wiązki obraz uzyskuje bardziej przestrzenny charakter. W przypadku materiałów ceramicznych, obrazy otrzymywane z płytkiego obszaru wiązką o niskiej energii, nie są wyraźne i przez to trudne w interpretacji. Oddzielny problem stanowi zależność intensywności fazy szarości od liczby atomowej pierwiastków, które występują w badanym obszarze. Im większa jest liczba atomowa pierwiastka, tym jego obraz SEM jest jaśniejszy. Analizowane struktury obrazowane są zatem przez złożenie różnych faz szarości. Stanowią one jednak nałożenie na siebie składu fazowego czerepu oraz kształtu powierzchni próbki.

Obrazy SEM uzyskać można również poprzez detekcję widma elektronów odbitych. Elektrony odbite dają jednak obraz, który jest znacznie bardziej czuły na liczbę atomową pierwiastków budujących poszczególne fazy czerepu. Aby dokonać prawidłowej analizy budowy fazowej tworzywa potrzebne jest zatem wykonanie złądu. W przeciwnym wypadku uzyskuje się obraz zawierający dodatkowe fazy szarości, przedstawiające nierówności powierzchni. Powoduje to, że obrazy widma elektronów odbitych są bardzo trudne w interpretacji.

Do licznych zalet metody SEM zaliczyć można również tę, że badane powierzchnie nie wymagają trawienia. Granice poszczególnych faz czerepu są dobrze widoczne dzięki różnej zawartości pierwiastków. Najważniejszą wadą mikroskopii SEM jest to, że uzyskiwane obrazy bardzo trudno jest wykorzystać do analizy ilościowej. Trójwymiarowość obrazu jest źródłem dużej ilości faz szarości. Obecnie stosowane mikroskopy rejestrują cyfrowe obrazy powierzchni i wyposażone są w złożone systemy analizy obrazów. Mimo to, komputerowa analiza zliczeniowa daje wyniki obciążone dużym błędem. Do badań zawartości poszczególnych faz oraz pomiarów granulometrycznych stosuje się zatem mikroskopy optyczne, sprzężone z komputerowymi analizatorami obrazów. Ponadto badania ilościowe wykonuje się na starannie przygotowanych złądach.

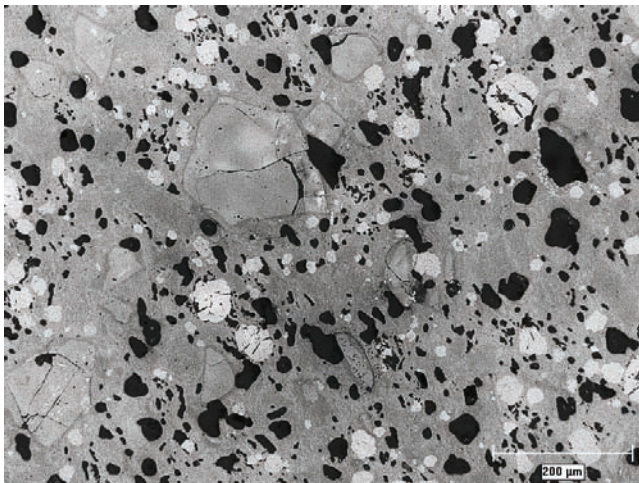
Mikroskopia optyczna w badaniu procesów degradacji tworzywa kwarcowego

Wykorzystanie mikroskopii optycznej przedstawiono na przykładzie tworzywa kwarcowego rodzaju 110, po wieloletniej eksploatacji [2]. Obiektem badań była porcelana pękniętego izolatora odciągowego nn produkcji krajowej z lat 1970-tych. Interpretacja obrazów mikroskopowych była poważnie utrudniona ze względu na wykruszenie dużej części drobin i ziarn, po których pozostały jedynie ciemne wgłębienia. Mimo zastosowania specjalnej, powyżej opisanej, procedury przygotowania złądów, niemożliwe było uniknięcie tego efektu. Pomiary ilościowe obciążone były zatem niepewnością, przekraczającą 1% powierzchni.

W strukturze tworzywa obserwowane były zaawansowane procesy degradacji starzeniowej. Badany materiał miał nietypową budowę fazową. W jego produkcji wykorzystano aż kilkanaście procent słuczki, obserwowanej w postaci białych, zwykle spękanych drobin, o różnej wielkości i zwykle regularnym kształcie. Drobin pozostałe w strukturze stanowiły około 9% powierzchni. Jakkolwiek średnia ich wielkość nie przekraczała $10\ \mu\text{m}$, wiele było dużych ziarn, osiągających do $100\ \mu\text{m}$. Z pierwotnej zawartości, szacowanej na 14%, około 5% uległo wykruszeniu. Zdecydowana większość z pozostałych drobin, szczególnie dużych, odznaczała się, mikropęknięciami wewnętrznymi. Niektóre drobin posiadały również obrzeżne odsposzenie od matrycy. Również około 5% kwarcu, z wyjściowej ilości dochodzącej do 20%, wypadło w trakcie przygotowania złądów. Średnia wielkość ziarn wynosiła około $20\ \mu\text{m}$, lecz największe

osiągały nawet 200 μm – rysunek 1. Większe ziarna kwarcu z zasady wykazywały spękania wewnętrzne i często odspojenie od matrycy. Incydentalnie obserwowano ziarna posiadające wewnątrz całą sieć mikropęknięć i wykruszone fragmenty. Widoczne w strukturze pory pierwotne stanowiły przeszło 3% i mimo prawidłowego – obłego kształtu, posiadały zróżnicowaną wielkość. Odzwierciedlone na zglądach ciemne pola, pochodzące od wykruszonych drobin stłuczki, ziarn kwarcu oraz porów stanowiły średnio aż 13,5% (rys.1). Faza mulitowa, podobnie jak pozostałe, rozłożona była dosyć jednorodnie w czerepie. Stanowiła blisko 20% powierzchni zglądów, przy średniej wielkości wydzielań około 20 μm . Wewnątrz większych wydzielań mulitu obserwowano często pory. W szklistej matrycy (około 45%) znaleziono również nieliczne pęknięcia. Inicjacja takich pęknięć zachodzi zarówno przy dużych ziarnach kwarcu, drobinach stłuczki, jak i porach.

Efekty starzeniowe, będące skutkiem wieloletniej eksploatacji, obejmują zatem trzy elementy składowe czerepu. Silne spękanie wewnętrzne i niekiedy brzegowe wykazują wyjątkowo liczne w materiale drobinę stłuczki. Przeszło 1/3 z nich uległa wykruszeniu. Z osnową słabo związanych było również wiele, zwłaszcza większych, ziarn kwarcu. Przeszło 1/4 z nich została wykruszona. Pozostałe natomiast posiadają w większości pęknięcia wewnętrzne i rzadziej obrzeżne. Pęknięcia o różnej wielkości występują również w matrycy. Wprawdzie nie mają one krytycznych rozmiarów, lecz ich obecność świadczy o niskiej wytrzymałości szklistej osnowy zestarzonego tworzywa.



Rys.1. Obraz mikroskopowy tworzywa izolatora odciągowego nn z lat 1970-tych w powiększeniu 100 razy. Uwagę zwraca wielkie spękanе ziarno kwarcu, liczne białe drobinę stłuczki, najczęściej również popękane oraz ciemne pola po wykruszonych elementach struktury

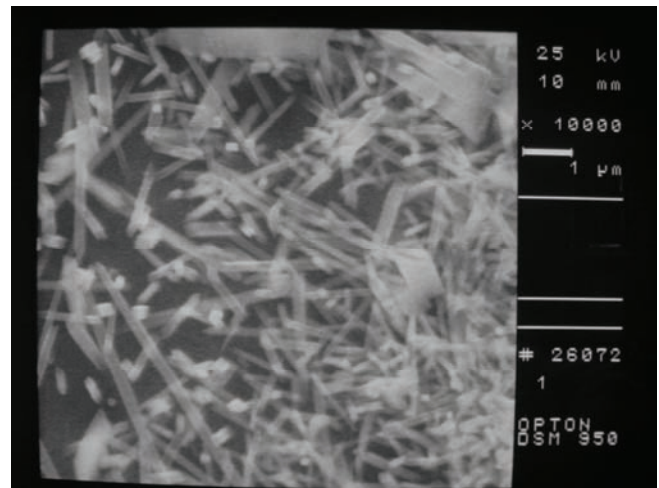
Skaningowa mikroskopia elektronowa w badaniu tworzywa wysokoglinowego C 130

Skład fazowy oraz jednorodność porcelany wysokoglinowej rodzaju 130 ustalane są na podstawie obserwacji mikroskopem optycznym, sprzężonym z komputerowym analizatorem obrazu [2]. Pełne uwidocznienie elementów stanowiących strukturalne wzmocnienie tego ziarnistego kompozytu ceramicznego wymaga jednak zastosowania techniki SEM.

Typowe krajowe tworzywo rodzaju 130 zawiera, jako dominującą fazę krystaliczną, drobnoziarnisty korund w ilości 19±3%. Ziarna korundu mają średnią długość 4,7 oraz szerokość 2,6 μm . Pełnią one rolę dyspersyjnego wzmocnienia czerepu. Wydzielenia mulitu o wielkości kilkudziesięciu mikrometrów nie mają istotnego wpływu na wytrzymałość tworzywa [3]. Ziarna kwarcu mają średnią

wielkość 15±6 μm . Pierwotnie stanowią około 11% czerepu, jednak prawie 3% ulega wykruszeniu w trakcie przygotowywania zglądów. Faza kwarcowa ma negatywny wpływ na wytrzymałość mechaniczną porcelany. Drobne pory (około 6 μm) mają regularny kształt i występują w ilości poniżej 4%. Przyjmuje się, że pory takie mają działanie relaksacyjne w polu naprężeń mechanicznych oraz termomechanicznych i mogą hamować wzrost mikropęknięć [4]. Wytrzymałość tworzywa rośnie ze wzrostem zawartości tlenu glinu, zarówno w formie krystalicznej, jak i rozpuszczonego w osnowie szklistej. Porcelana rodzaju 130 posiada podwójne wzmocnienie strukturalne. Dyspersyjne – w postaci licznych i drobnych ziarn korundu oraz włókniste – poprzez rozproszone w osnowie kryształy mulitu. Dopiero obserwacja wypreparowanej matrycy szklistej z wykorzystaniem techniki SEM obrazuje włókniste wzmocnienie czerepu – rysunek 2. Sieć drobnych kryształów igłowych kryształów mulitu tworzy się podczas wypalania w wyniku reakcji chemicznej tlenu glinu i krzemionki. Ich rolę, w matrycy stanowiącej ponad 65% materiału, porównać można do funkcji zbrojenia w żelbetonie.

Pełna analiza ilościowa i jakościowa tworzywa porcelanowego rodzaju 130 wymaga zatem wykorzystania zarówno techniki MO jak i SEM. Wówczas dopiero zobrazowane zostają elementy struktury decydujące o wysokiej trwałości i niezawodności eksploatacyjnej materiału stosowanego do wyrobu odpowiedzialnych elementów elektrotechnicznych.



Rys.2. Igłowe kryształy mulitu stanowiące włókniste wzmocnienie matrycy tworzywa rodzaju 130. Obraz mikroskopowy SEM, powiększenie 10 000 razy, po wytrawieniu osnowy szklistej w 10% kwasie fluorowodorowym w czasie 20 minut

Praca finansowana była częściowo z Projektu Badawczego Nr N507 056 31/1289.

LITERATURA

- [1] Pluta M., Mikroskopia optyczna, PWN, Warszawa 1982
- [2] IEC Publication 672-1:1995 Ceramic and glass-insulating materials, Part 1: Definitions and classification
- [3] Cook R.L., Khandelwal S.K., Corundum and mullite strengthened technical porcelain, *Ceramic Industry Magazine*, 1 (1968), 22-26
- [4] Pohl Z., Izolatory elektroenergetyczne, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1995

Autorzy: dr Przemysław Ranachowski, Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, ul. Świętokrzyska 21, 00-049 Warszawa, E-mail: pranach@ippt.gov.pl; doc.dr hab. Feliks Rejmund, Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, ul. Świętokrzyska 21, 00-049 Warszawa, E-mail: freymund@ippt.gov.pl