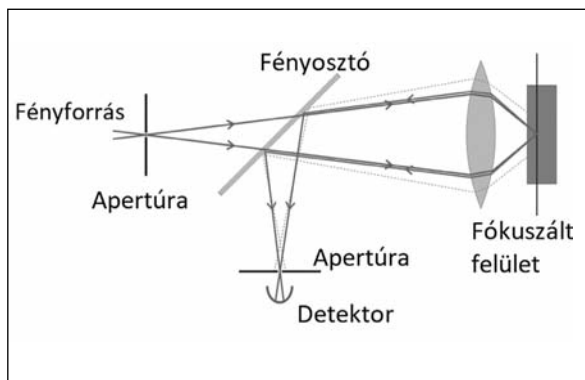


Optikai-, konfokális mikroszkópia és infravörös spektroszkópia alkalmazása alumíniumtermékek felületi vizsgálatára

A technológia fejlődésével a vevői elvárások is növekedtek. Az alumíniumtermékek felületi minőségének javítására és a hibaokok keresésére is folyamatosan fejlődő mérőberendezések állnak rendelkezésre. Jelen publikációban bemutatjuk az üzemi környezetben fellépő hibajelenségeket és ezek vizsgálatát több oldalról megközelítve: az optikai mikroszkópiát nagy nagyítású felületi és metszeti képek készítésére, a konfokális mikroszkópiát a minta felületének letapogatására és háromdimenziós ábrázolására, az infravörös spektroszkópiát pedig közvetlenül a felületről történő szerves eredetű szennyeződések elemzésre. Bemutatjuk a mérési módszerek kombinálásából származó eredményeket is.



■ 1. ábra. Konfokális pásztázó mikroszkóp vázlat

Bevezetés

Hengerelt alumíniumtermékek minősítése a vevők szempontjai szerint a belső (szakítószilárdság, nyúlás, szemcseszerkezet stb.) és a külső (érdesség, felületi egyenetlenségek, karcmentesség, felületi olajfoltok, korrózió stb.) tulajdonságok alapján történik. Gyártás során öntött tuskóból több alakítási lépésen át jutunk el a végső állapotba, kezdve a meleg és hideg hengerléssel, egészen az egyengetésen, szélezésen és hőkezelésen át a darabolásig, hasításig és vágásig. Egy ilyen komplex folyamat során a termék különböző felületi érdességű és kiképzésű szerszámokkal, vegyi anyagokkal, hűtő-kenő olajokkal találkozik, amik nagymértékben befolyásolják a felületi megjelenést.

A készülékek rövid bemutatása

Az optikai mikroszkóp egy megvilágított felületről nagyított képet állít elő objektív lencsék és nagyítólencsék

segítségével [1]. Különböző nagyítású objektívek revolver elrendezésben cserélhetők a minta mozgatása nélkül, így ugyanarról a területről egyre nagyobb nagyítású képet tudunk készíteni. A mintát egy tárgyasztalra helyezük, mely forgatható, és egy pozicionáló orsó segítségével mozgatható, így a vizsgálandó terület könnyen az objektív látómezejébe kerül. Fénytörő lencséknek köszönhetően az adott területet az okuláron és a kamera által készített képen egyszerre is láthatjuk.

Az általunk használt mikroszkóp Zeiss gyártmányú Axio Observer típusú készülék, mely maximálisan 1500 x-es nagyításra képes, ezt a tartományt metallográfiai csiszolatok vizsgálatára, az alumínium szemcseszerkezetének és fázisainak megfigyelésére használjuk.

A konfokális pásztázó mikroszkóp egy olyan speciális fénymikroszkóp, amiben a tárgy képe az ún. konfokális (közös fókuszu) leképezés (1. ábra) révén a tárgy mozgatásával pontról pontra készül. A tárgyat megvilágító

LED-fényforrás fénye egy lyukdiafragmán át lép be a mikroszkópba, és az objektíven keresztül, fókuszálva érkezik a tárgynak egy, a kiválasztott síkban lévő pontjára.

Erről a pontról visszaszóródott fényt az objektív egy részben áteresztő tükör közvetítésével egy másik lyukdiafragmára gyűjti. A kiválasztott tárgysíknak (valójában a tárgy egy vékony szeletének) a képe pásztázás közben pontról pontra alakul ki, több egymással párhuzamos réteg megmérése után, a tárolt adatokból rétegek is előhívhatók. Ilyen módon háromdimenziós betekintést nyerhetünk [2, 3]. Az általunk használt Nanofocus Mobile konfokális mikroszkópnak 10 x, 20 x, 50 x, 100 x nagyítású objektívje és mágneses talpzata van, össztömege nem haladja meg a 7 kilogrammot, aminek köszönhetően hordozható, így az alakító hengerek felületére mágnesesen rögzítve vizsgálhatjuk annak felületét. A megmunkáló felületről, illetve az általuk az alakítás során készített alumíniumlemezzel 10 különböző felületi érdességparamétert tudunk meghatározni, szoftveres korrekcióval korlátozottan, akár görbült felületről is (alakító henger).

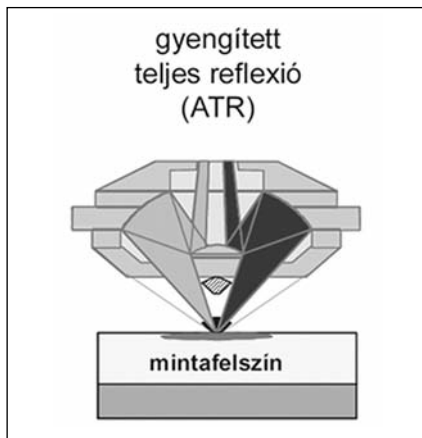
Az FTIR- (Fourier-transzformációs infravörös) spektroszkópia olyan analitikai mérési módszer, melynek segít

Jurecska Tamás a Veszprémi Egyetemen vegyészként végzett 2015-ben. Kutatási területe már tanulmányai során is a fotofizika és a fotokémia volt. Jelenleg az Arconic-Kőfém Vegyi Vizsgálatok Laboratóriumában a felületi minőség ellenőrzéséért és javításáért felelős fejlesztő mérnökként dolgozik, amibe beletartozik a belső selejt, illetve a reklamációs okok kivizsgálása a cikkben részletezett készülékek segítségével.

ségével anyagok abszorpciós infravörös spektrumát tudjuk meghatározni. Az FTIR-spektrométer széles spektrális tartományban gyűjt egyidejűleg adatokat. Az FTIR-kifejezés arra utal, hogy a nyers adatoknak tényleges spektrummá alakításához a Fourier-transzformációt alkalmazzunk [4, 5]. Az általunk használt Bruker Lumos készülék rendelkezik egy beépített optikai mikroszkóppal (hátránya, hogy kis felbontású) és egy vezérelhető tárgyasztallal, így mikroszkópos felvételen megjelölt területektől tudjuk felvenni a felületen lévő anyagok infravörös spektrumát. A spektrumok felvételéhez számítógépesen vezérelt ATR (Attenuated total reflectance / gyengített teljes reflexió) feltétet használunk, amelyben egy 5 µm átmérőjű germánium tűhegy (2. ábra), a felülethez érve szilárd érintkezést ad a mintával.

Az infravörös spektrum csúcshelyei kémiai funkciós csoportokra jellemzők (alkohol, észter, karbonsav stb.), az egymáshoz viszonyított arányuk ujjlenyomatként az anyagi összetételre, míg a csúcsmagasságok a csoportok mennyiségére adnak információt. Szerves anyagok infravörös spektrumát elemző szoftver segítségével össze tudjuk hasonlítani egy spektrumkönyvtárral, így azonosítható a felületen található szennyeződés. Az ismert anyagok spektrumaiból saját könyvtárat is készíthetünk, így pontosítva a keresést.

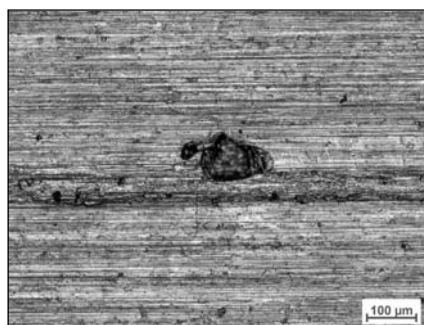
A készülékhez tartozó külső egységgel folyadékok infravörös spektrumait tudjuk mérni, mivel a spektrumok csúcsmagasságai mennyiségi információt hordoznak, megfelelő kalibráci-



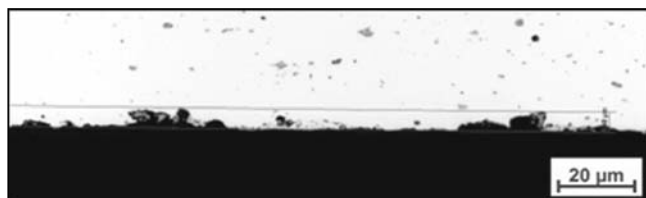
■ 2. ábra. ATR-feltét mérési pozícióban



■ 3. ábra. Felületi karc



■ 4. ábra. Optikai mikroszkópos felvétel: a felületre felpapadt anyagdarabok



■ 5. ábra. Metszet optikai mikroszkópos felvétele

óval hűtő-kenő anyagok adaléktartalmát tudjuk meghatározni.

Ipari minták hibaokainak feltárása

1. Karc: Hengerlés során az alakítószerszámokra felpapadt vagy a felületre előzetesen rákerült idegen anyag megkarcolhatja a felületet (3. ábra).

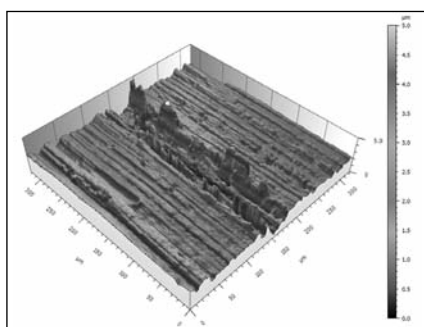
Szemrevételezés után optikai mikroszkóppal felvételek készültek, majd meghatároztuk a karc szélességét és láthatóvá váltak a karc mentén megpaptt anyagcsoócok (4. ábra).

A hibahelyen a felületre merőlegesen kivágott és beágyazott metszetet vizsgálva képet kapunk a hibajelenségről, meghatározhatjuk mélységét, illetve, hogy került-e idegen anyag az alumíniummátrixba (5. ábra). Hátránya, hogy egy csiszolaton csak egy adott metszetet látunk.

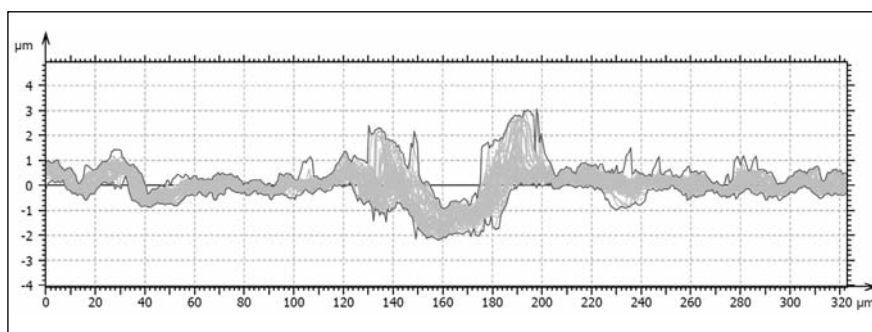
A konfokális mikroszkóp érintésmentes letapogatásának köszönhetően a minta eredeti állapota vizsgálható, a rétegről rétegre történő mérés eredményeként háromdimenziós betekintést nyerünk a mintafelszínről (6. ábra).

A mért adatokat konvertáltuk, a felületre merőleges szeletelést végeztünk, és egy képen ábrázoltuk az összes szeletet. A mélységparaméterek, a karcból kigyúrt anyag magassága, a karc szélessége leolvashatóvá válik (7. ábra).

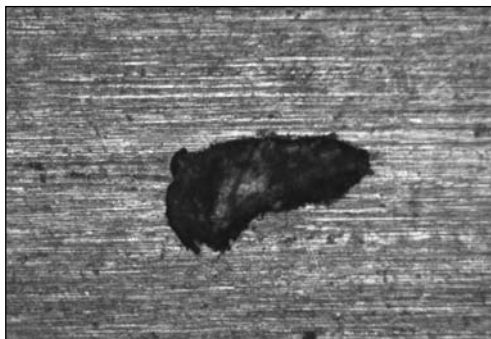
FTIR-spektroszkóppal a hibát követve látható, hogy a karc nem periodikusan fordul elő, néha megszűnik, anyagcsoócokkal végződve (8. ábra), ATR-feltéttel közvetlenül az idegen anyagot



■ 6. ábra. Konfokális mérések háromdimenziós ábrázolása



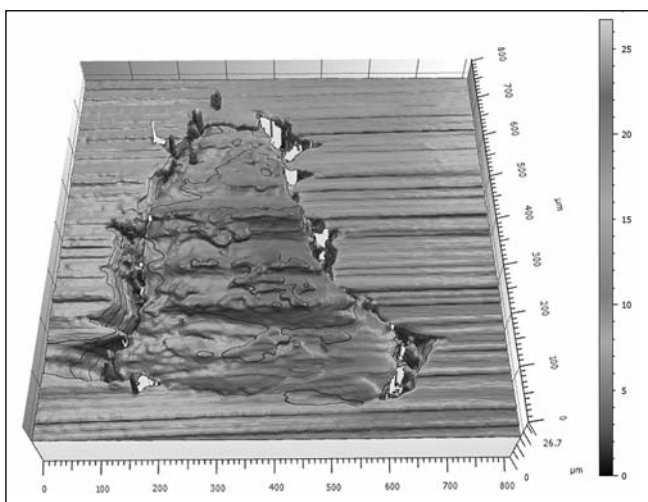
■ 7. ábra. Topográfiai szeletek egy képen ábrázolva



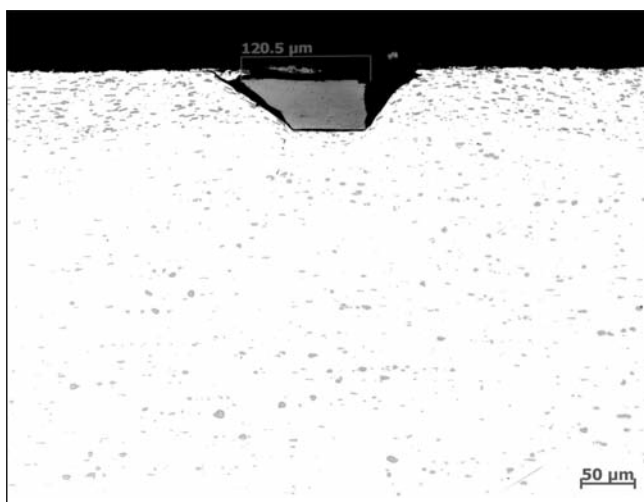
■ 8. ábra. Karc végén elhelyezkedő anyaggóc



■ 9. ábra. Karc végén elhelyezkedő anyaggóc



■ 10. ábra. Behengerelt idegen anyag háromdimenziós ábrázolása



■ 11. ábra. A felületbe behengerelt idegen anyag metszeti képe

mértük meg. A spektrumokból egyértelműen kiderült, hogy szerves eredetű a szennyeződés, a könyvtári spektrum összehasonlítás eredménye szerint polietilén, ami egy előregedett, szétmorzsolódott átvezető görgőről származott.

2. Idegen anyag: apró sötét „pöttyök” láthatók elszórtan a felületen (9. ábra).

Konfokális mikroszkóppal látható, hogy az idegen anyag kitüremkedik az alpmátrix síkjából, felülete eltér a hengerelt felülettől (10. ábra), ebből

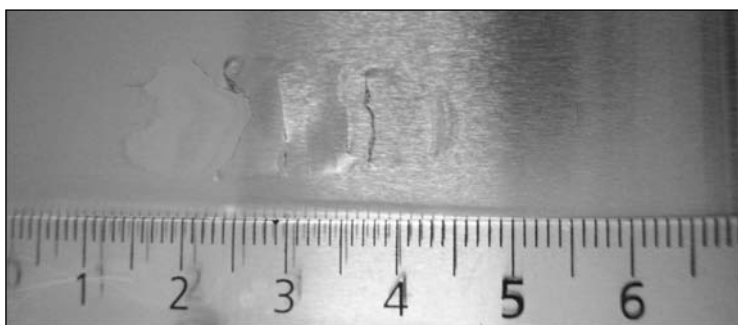
következtethető, hogy nem az alumíniumfelület repedt fel. Az idegen anyag mellett a felületi mélyedés a felületen folytatódó a hengerlési nyom. Az idegen anyag méreteit a már említett módon meghatároztuk.

Az FTIR-spektroszkóp mutatja, hogy az idegen anyagnak nincs infravörös spektruma (infra-inaktív), ebből feltételezhető, hogy nem szerves eredetű.

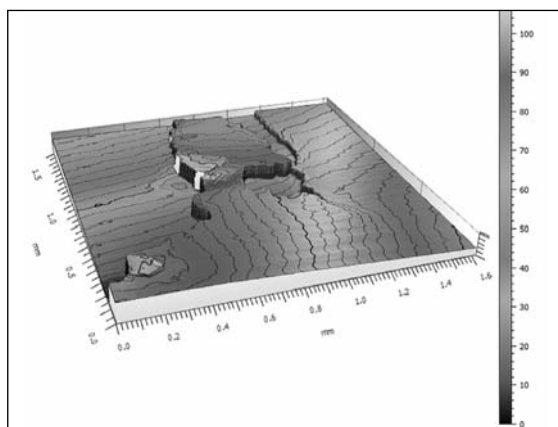
Az optikai mikroszkópos vizsgálathoz a minta egy darabját kivágás után beágyasztuk, a csiszolást és polírozást úgy végeztük, hogy az idegen

anyagot elmetszettük. A felvételen látható az anyagi eltérés az alumíniummátrixtól: egy acéldarabka (11. ábra). A SEM összetétel-elemzése ezt bizonyította is, vas (97%), szén és mangán van jelen.

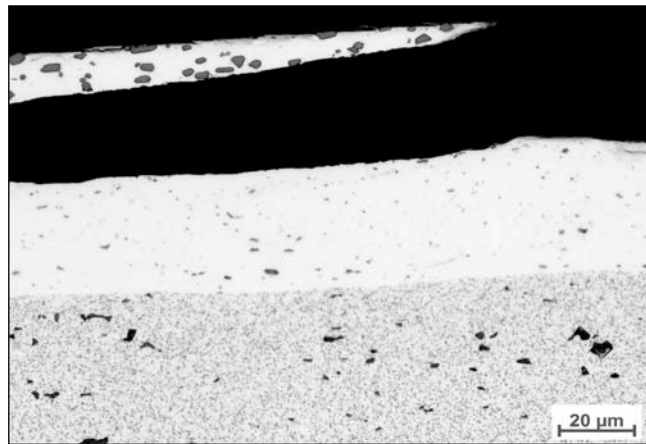
3. Felszakadás: Plattírozott, több rétegű termékekből különböző ötvözetű és vastagságú lemezeket hengerelünk össze, ami nem egyszerű feladat, mivel a további alakítás



■ 12. ábra. Felszakadt felület



■ 13. ábra. Felszakadt felület



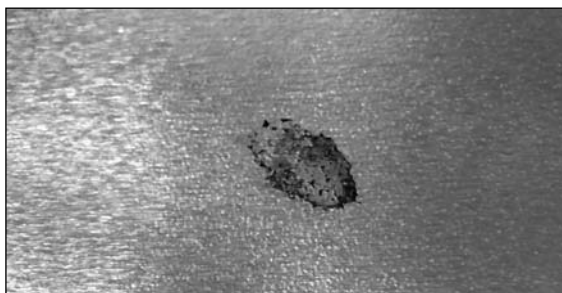
■ 14. ábra. Csiszolat az elvált plattírozott rétegekről

során a rétegek nem megfelelő összetapadása problémát okozhat (12. ábra).

A konfokális mikroszkóp mutatja, hogy a felület több helyen szabálytalanul felszakadt (13. ábra).

Optikai mikroszkóppal a felületre merőleges csiszolatot vizsgálva az ötvözetek közötti különbség előhívható, így meghatározható, hogy mely rétegek nem tapadtak össze.

4. Olajfolt: Különböző alakítások során eltérő hűtő-kenő anyagokat alkalmazunk. Gyártási hiba esetén, vagy nem megfelelő zsírtalanítás és hőkezelés során a kenőanyag ráéghet a felületre (15. ábra).

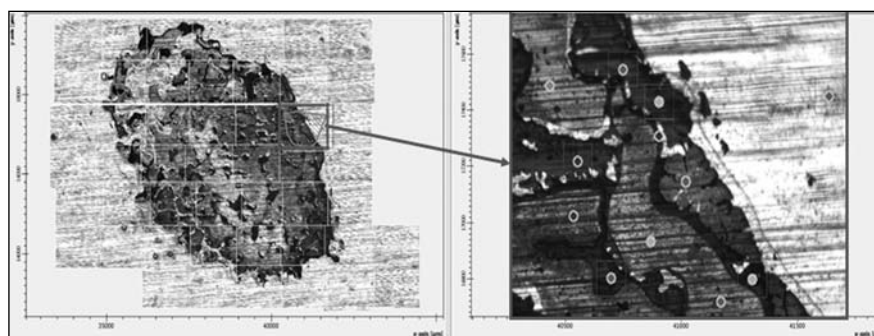


■ 15. ábra. A felületre ráégett kenőolaj

Konfokális mikroszkóppal vizsgálva már az 1-5 µm vastagságú ráégett rétegek is könnyen észlelhetők, így FTIR-rel nagyobb intenzitású spektrumokat kaphatunk.

FTIR beépített mikroszkóppal mozaikfelvételt készítettünk a hibáról, a kiválasztott terület megjelölt pontjain felvettük az infravörös spektrumokat (16. ábra).

Kiválasztott spektrumot könyvtári keresésnek vetettük alá, ilyenkor a program matematikai úton értelmezi a spektrumot és megadja a lehetséges találatokat. A spektrumok áttekintésével látható, mely referenciaanyag kémiai természetére hasonlít a minta. A mért és a referenciaspektrum nagyon hasonló, de a referenciaspektrumot a kenőanyag eredeti folyadékállapotában vettük fel. Laboratóriumi hőkezelés során kis méretben szimuláltuk a hőmérsékletviszonyokat egy mintalemezre cseppentett olajjal, az innen felvett spektrum megegyezett a kiindulási minta spektrumaival. Így bizonyítottá vált, hogy nagy hőmérsékleten az olaj bizonyos komponensei elillannak vagy elbomlanak, illetve egy részük visszamarad. Tehát mérés során a visszamaradt bomlástermékeket detektáltuk.



■ 16. ábra. A felületre ráégett olaj és a mérési pontok

Összefoglalás

Bemutattuk a vizsgálatok során a hibaokkeresést különböző felületanalitikai módszerekkel, a készülékek gyakorlati alkalmazását, illetve előnyeiket, hátrányait. Példaképpen bemutattunk olyan mintákat, melyek esetén a készülékek kombinálása többletinformációt ad.

Köszönetnyilvánítás

A Zeiss Axio Observer optikai mikroszkóp és a Bruker Lumos Fourier transformációs infravörös készülék beruházás a GINOP-2.2.1-15-2016-00018 állami támogatású pályázat keretében valósult meg.

Irodalom

- [1] Dr. Bárány Nándor. Optikai műszerek, Műszaki könyvkiadó
- [2] Pawley J. B. (editor). Handbook of Biological Confocal Microscopy, 3rd, Berlin: Springer (2006).
- [3] Memoir on Inventing the Confocal Scanning Microscope, Scanning 10 (1988),
- [4] Fourier Transform Infrared Spectrometry, 2nd, Wiley-Blackwell (2007)
- [5] Kamarás Katalin: Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópia; MTA SZFKI