

## 12. МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА МАТЕРИЈАЛА

Упоредо са развојем нових материјала и технологија развијале су се и методе и технике које омогућавају испитивање особина материјала и њихових промена. Физичка и хемијска својства која су у основи различитих метода за карактеризацију материјала се најчешће могу сврстати у: екстензивне величине (маса и димензије), механичке особине (еластичност, чврстоћа, тврдоћа, жилавост, брзина простирања звука итд.), топлотне (топлотна проводност, топлотни ефекти фазних прелаза...), електричне (електрична проводност, вредност диелектричне константе...), нуклеарне (радиоактивност, маса изотопа, апсорпција...) и особине које укључују интеракцију материјала и зрачења (емисија, апсорпција и расејање зрачења, нуклеарна и електромагнетна резонанца итд.).

### 12.1. КЛАСИФИКАЦИЈА МЕТОДА

Методe за карактеризацију материјала могу се класификовати на основу различитих критеријума. Једна од основних подела је на деструктивне и недеструктивне методе.

- **Деструктивне методе** испитивања материјала (енг. destructive testing-DT) представљају скуп метода које обухватају испитивање физичких, хемијских, структурних, механичких и других особина материјала, при чему долази до разарања самог узорка материјала. Код фундаменталних истраживања углавном се користе ове методе.

- **Недеструктивне методе** испитивања материјала (енг. non-destructive testing-NDT) имају за циљ одређивање особина материјала, као и откривање различитих врста дефеката у материјалу, при чему испитивани материјал остаје неоштећен. Ове методе имају посебан значај у примени на терену, где се користе за контролу полупроизвода, индустријских производа, носећих конструкција итд.

Методe за деструктивну и недеструктивну анализу својстава материјала су комплементарне. Резултати испитивања недеструктивним методама се, посебно у фази постављања методе, упоређују са резултатима добијеним деструктивним методама. Деструктивне методе су увек

квантитативне, док примена недеструктивних метода даје најчешће квалитативан резултат.

У односу на овакву општу поделу, веома је честа класификација метода на основу физичких и хемијских својстава материјала која се испитују, тако да разликујемо:

- **методе испитивања димензија**, (метри, помична мерила, микрометри) облика и стања површине (храпавост, визуелна контрола),
- **методе испитивања структуре** (металографска микро и макроструктура, рендгенска дифракциона структурна микроанализа, електронска микроанализа),
- **методе испитивања хемијског састава** (оптичка спектрометрија, електрохемијска анализа, рендгенска флуоресцентна анализа, термометријска анализа, хроматографија),
- **методе механичких и технолошких испитивања** (статичка и динамичка испитивања, краткотрајна и дуготрајна испитивања, испитивања на собним, повишеним и сниженим температурама, испитивања тврдоће, технолошка испитивања),
- **методе испитивања топлотних својстава и**
- **методе испитивања материјала без разарања**-дефектоскопија (визуелне методе, методе рендгенског зрачења, ултразвучне методе, магнетне методе, пенетрантске методе).

У односу на намену, односно циљеве испитивања материјала, могу се издвојити:

- **пријемна испитивања**, која се врше при купопродаји самог производа и обухватају контролна испитивања везана за стандарде израде, атесте, услове испоруке, димензије, означавање и паковање производа, као и за изглед и стање материјала,
- **редовна контролна испитивања**, која се обављају при производњи и извођењу техничког објекта и могу бити међуфазна (у току процеса производње) и финална (на крају процеса производње),
- **експериментално-истраживачка испитивања**, која имају за циљ утврђивање квалитета материјала на основу познатих метода испитивања и која се најчешће изводе у савременим лабораторијама великих привредних предузећа или института,
- **научно-истраживачка испитивања**, која се често не базирају на већ прописаним методама испитивања материјала, већ се за карактеризацију материјала и одређивање радних особина у одређеним условима примене користе и нове методе испитивања,

- **специјална испитивања**, која могу бити веома специфична и разноврсна по намени и могу обухватати све претходне групе испитивања у циљу дефинисања специјалних захтева.

Избор методе за карактеризацију материјала зависи од великог броја фактора: структуре и састава материјала, величине и положаја дефеката, као и од врсте евентуално присутних оштећења. Свака од метода има одређене предности али и ограничења у примени. Комбиновањем метода добијају се најпоузданији резултати. Међутим, због високе цене уређаја за карактеризацију и потреба за високо специјализованим кадровима, примена комбинованих метода у привреди није широко прихваћена.

Са становишта примене, методе испитивања материјала имају велики значај за развој нових технологија, приказивање стања материјала, као и за одређивање утрошеног радног века компонената различитих система. У овом поглављу дат је преглед разноврсних техника карактеризације материјала и дати основни принципи на којима су оне засноване. Детаљан опис ових метода превазилази оквире овог уџбеника.

## 12.2. МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА СТРУКТУРЕ

У оквиру метода испитивања структуре материјала, данас је, посебно захваљујући открићу рендгенског зрачења, као и открићу и развоју електронско оптичких система, развијен велики број различитих техника карактеризације материјала. Оне се могу груписати у дифракционе, микроскопске и површинске методе.

### 12.2.1. Дифракционе методе

Дифракционе методе засноване су на појави дифракције рендгенског зрачења, електрона и неутрона, тако да се на тој основи разликују:

- **рендгенска дифракција** (X-ray Diffraction-XRD),
- **електронска дифракција** (Electron Diffraction-ED) и
- **неутронска дифракција** (Neutron Diffraction-ND)

Најзаступљенија је рендгенска дифракција која даје информације о уређењу дугог домета у масивним узорцима. Основни недостатак ове методе је да се не може посматрати дифракција веома малих кристала, као ни кристалита нанометарских димензија, када је неопходно користити електронску дифракцију. Неутронска дифракција је комплементарна метода за одређивање структуре материјала, која има посебан значај при истраживању магнетног уређења чврстих тела.

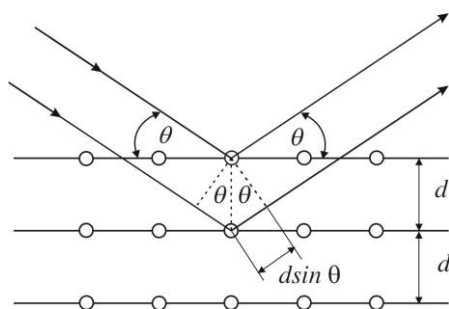
### 12.2.1.1. Рендгенска дифракција - XRD

Основни принцип дифракције рендгенског зрачења може се разумети уз помоћ геометријског приступа који су разрадили В.Х. Браг и његов син В.Л. Браг<sup>1</sup> још 1913. године. По њима, кристалне равни се могу схватити као низ међусобно еквидистантних полупропусних огледала на која пада рендгенско зрачење. Зрачење се делом рефлектује на првој равни, а делом пролази рефлектујући се на свакој следећој равни, продирући до неколико милиона слојева у узорак док се сасвим не апсорбује. Разматра се еластично расејање при коме се таласна дужина зрачења не мења приликом рефлексије.

Рефлектовани делови упадног снопа излазе паралелно из кристала и међусобно интерферирају (слика 12.1.). Уколико је  $d_{hkl}$  - растојање између паралелних равни атома у кристалу означених Милеровим индексима  $(hkl)$  и  $\theta$  - угао између упадног снопа и равни кристала, онда разлика путева зракова рефлектованих од суседних равни атома износи  $2d_{hkl} \sin \theta$ . Како су сви таласи који долазе из унутрашњости у фази, постоји услов за конструктивну интерференцију изражен Браговим законом:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (12.1)$$

где је  $\lambda$  - таласна дужина упадног рендгенског зрачења, а  $n$  - цео број.



Слика 12.1. Рефлексија рендгенског зрачења од паралелних равни атома кристала.

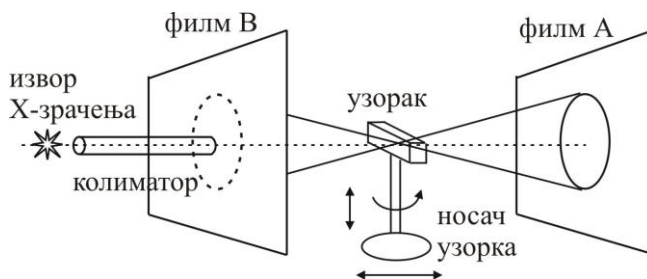
Иако је рефлексија од сваке равни посебно сматрана правилном, само за одређене вредности  $\theta$  рефлектовани зраци од свих паралелних равни се могу сабирати у фази и дати интензиван рефлектовани снап зрачења. Брагов закон је последица периодичности просторне кристалне

<sup>1</sup>William Henry Bragg и William Lawrence Bragg, отац и син, добитници су Нобелове награде 1915. године за анализу кристалне структуре помоћу рендгенских зрака. W.L. Bragg, који је тада имао 25 година, остао је до данас најмлађи научник који је икада добио ову награду.

решетке. Он не зависи од структурног мотива или расподеле атома који се придружују сваком чвору решетке. Састав структурног мотива утиче на релативни интензитет различитих редова  $n$  дифракције од дате фамилије паралелних равни<sup>2</sup>. Брагова рефлексија се може јавити само уколико је  $\lambda \leq 2d$ .

У односу на величине  $\lambda$ ,  $\theta$  и  $d$ , које су међусобно зависне, најчешће се у литератури наводе три основне дифракционе методе: Лауеова метода (*M. Laue*), метода обртног кристала и метода кристалног праха-Дебај-Шерерова метода.

**Лауеова метода** се у данашње време ретко користи и има више историјски значај. Помоћу ње се може брзо одредити симетрија кристала и његова оријентација, али се не користи за одређивање кристалне структуре. Код ове методе на монокристални узорак, који је непокретан, пада снап континуалног спектра рендгенског зрачења (слика 12.2.). То значи да је упадни угао  $\theta$  константан, а таласна дужина  $\lambda$  је променљива, па ће се максимуми интензитета рефлектованог зрачења јавити само онда када величине  $\lambda$ ,  $\theta$  и  $d$  задовољавају Брагов закон. Дифракциона слика се може добити само уколико се користи цео спектар рендгенског зрачења.



Слика 12.2. Шематски приказ коморе за Лауеову методу.

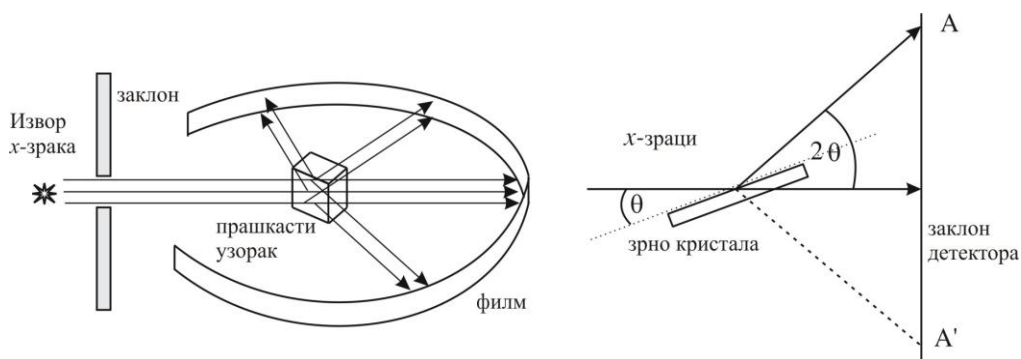
**Метода обртног кристала** се користи за одређивање структуре монокристалних узорака материјала. Код ове методе монокристал се обрће око непокретне осе, у снопу монохроматског рендгенског зрачења (слика 12.2.). Дакле, таласна дужина  $\lambda$  је константна, а упадни угао  $\theta$  је променљив. Променом упадног угла доводе се равни атома кристала у положај за конструктивну интерференцију.

Једноставна рендгенска комора са обртним кристалом, обично садржи филм постављен у цилиндричну касету, концентричну са обртном осовином за коју је причвршћен монокристални узорак. Димензије

<sup>2</sup>Релативни интензитет различитих редова дифракције од дате фамилије паралелних равни може се одредити помоћу геометријског структурног фактора и атомског фактора расејања, величина које су дефинисане у оквиру већине курсева физике чврстог стања.

крстала не морају бити веће од 1 mm . Упадни сноп зрачења пролази кроз филтер или неки кристал како би се добио монохроматски сноп. Сноп се дифрактује од дате кристалографске равни, кад год у току обртања, вредност упадног угла  $\theta$  задовољи Брагов закон. Детекција рефлектованог зрачења се може вршити и помоћу бројача.

**Метода кристалног праха** је посебно погодна за коришћење јер не захтева монокрystalне узорке који се понекад не могу добити или је њихово добијање скупо. Монохроматско рендгенско зрачење пада на узорак од финог кристалног праха или ситнозрнастог поликристала, који је стављен у капиларну цев танких зидова (слика 12.3.). Како се поликристални узорак састоји од веома великог броја кристалита свих могућих оријентација (расподела оријентација кристалита је скоро континуална), у сваком тренутку ће неки од кристалита задовољити Брагов закон за неки скуп кристалографских равни.



Слика 12.3. Шематски приказ рендгенске коморе за методу кристалног праха.

Упадни сноп зрачења са кристалографским равнима захвата угао  $\theta$ , под условом да је задовољен Брагов закон. Дифрактивани зраци напуштају узорак и чине угао  $2\theta$  са правцем упадног снопа формирајући дифракционе максимуме у облику конуса који секу филм на одговарајућим местима остављајући на филму трагове, тзв. Дебај-Шерерове прстенове. Детекција се може вршити и бројачем. Овом методом могу се одредити димензије елементарне ћелије.

Једна од најважнијих примена методе кристалног праха је при проучавању фазних дијаграма легура. Специјална комора омогућава да се узорак испитује при повишеним температурама.

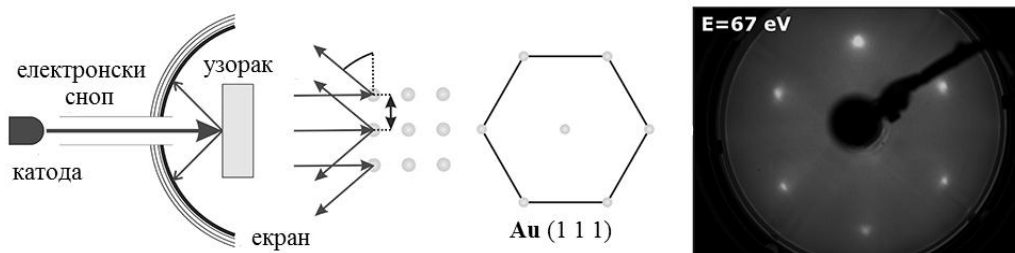
### 12.2.1.2. Електронска дифракција - ЕД

Структурна испитивања материјала помоћу електронске дифракције посебно се примењују код проучавања површина, филмова, врло танких

крстала и гасова јер електрони релативно мало продиру у кристал. Постоји више различитих техника електронске дифракције од којих су најзначајније:

- **нискоенергетска електронска дифракција** (Low-energy Electron Diffraction-LEED),
- **трансмисиона високоенергетска електронска дифракција** (Transmission High-energy Electron Diffraction-THEED),
- **рефлексиона високоенергетска електронска дифракција** (**Reflection** High-energy Electron Diffraction-RHEED),
- **електронска дифракција конвергентним снопом** (Convergent Beam Electron Diffraction-CBED) и
- **електронска дифракција повратним расејањем електрона** (Backscattered Electron Diffraction-BSED).

**Нискоенергетска електронска дифракција-LEED** се користи за структурну анализу површинских слојева материјала. Енергија електрона износи  $(20 - 200) \text{ eV}$ . Дифракциона слика се добија помоћу еластично расејаних електрона у танком површинском слоју кристала. На слици 12.4. дат је шематски приказ LEED уређаја и добијена дифракциона слика на паралелним равнима  $(1\ 1\ 1)$  монокристалног узорка злата, где је коришћен снап електрона енергије  $67 \text{ eV}$ .



Слика 12.4. Шематски приказ LEED уређаја и добијене дифракционе слике.

На основу начина посматрања узорка могу се разликовати три типа уређаја. Код првог, узорак се посматра преко узорка што условљава да узорак мора бити довољно мали како не би заклањао слику (normal view). Код другог савременијег типа дифракција се гледа из смера електронског топа на екрану у трансмисији, што омогућава и веће димензије узорка, као и додатне могућности за узорак, као што су грејање, хлађење, деформација итд. (reverse view). Код трећег, најоптималнијег типа, дифракционе слике, осим на екрану, могу се посматрати детектором високе резолуције, што омогућава анализу дифракционих слика (spot profile analysis-SPA).

**Трансмисиона високоенергетска електронска дифракција-ТНЕЕД** се не разликује пуно од XRD, осим по томе што је таласна дужина електрона мања што условљава и мање угаоно подручје. Дебљина узорака мора бити мања од 100 nm због велике апсорпције електрона у материјалу. Недостаци ове методе су мања тачност у поређењу са XRD, као и секундарна дифракција до које долази када се дифракциони сноп на првим равнима почне понашати као упадни за следеће равни, услед чега се јављају додатни дифракциони максимуми који отежавају идентификацију структуре. Међутим, у случају када су узорци монокристала недовољно велики за испитивање рендгенском дифракцијом, онда је ово једина техника којом је могуће анализирати структуру датог узорка материјала.

**Рефлексиона високоенергетска електронска дифракција-RHEED** користи нискоугаону геометрију, са угловима мањим од  $10^\circ$ , услед чега се добијају издужене дифракционе тачке. У свему осталом, ова техника је слична нискоенергетској електронској дифракцији.

**Електронска дифракција конвергентним снопом-СВЕД** примењена је код савремених микроскопа који омогућавају посматрање дифракције под већим угловима у односу на стандардне технике. Као резултат могу се уочити тзв. Лауеове зоне вишег реда (high-order Laue zones).

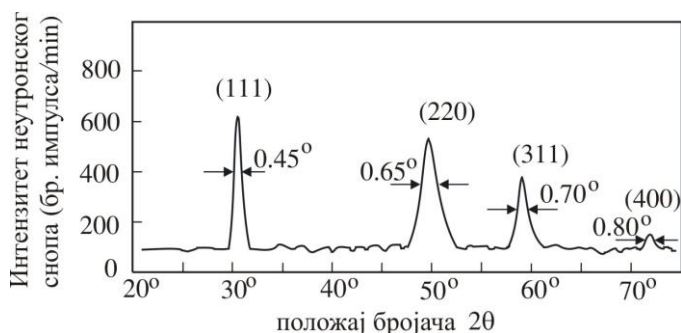
**Електронска дифракција повратним расејањем електрона-BSED** се најчешће користи код скенирајућих електронских микроскопа. Добијене дифракционе слике, међутим, нису дифракционе тачке, већ налик сликама узорака релативно велике дебљине, које се добијају трансмисионим електронским микроскопима. Овом методом могу се квантитативно анализирати облик и величина кристалита код поликристалних материјала.

### 12.2.1.3. Неутронска дифракција - ND

Неутронска дифракција спада у веома скупе методе, тако да се углавном користи у добро опремљеним истраживачким лабораторијама. За добијање дифракционе слике неопходан је стални извор неутрона и неутронски детектор. Спектар неутронског снопа је континуиран са таласним дужинама (0.05–0.3) nm, па је потребно користити кристалне монохроматоре, тако да се добија слаб и не превише монохроматски сноп. Због слабог интензитета неутронског снопа неопходни су велики узорци за испитивање. За разлику од X-зрачења које се расејава на електронима и чији интензитет расејања зависи од редног броја атома, неутрони због свог магнетног момента интерагују са језгрима атома и неутронска дифракција се углавном примењује код лаких атома (нпр. код дијаманта чији је



дифрактограм приказан на слици 12.5.) за које рендгенска дифракција даје слабе интензитете дифракционих максимума.



Слика 12.5. Неутронски дифрактограм за прашкасти дијамант.

Неутронска дифракција се примењује онда када друге методе не могу да дају добре резултате, посебно у случају магнетних материјала. На пример, код легура које у свом саставу имају манган, гвожђе, кобалт и никал није могуће уочити постојање магнетних суперрешетки због врло сличних интензитета расејања рендгенских зрака на овим елементима. Неутрони због свог магнетног момента интерагују не само са језгрима већ и са неспареним електронима атома што омогућава испитивање магнетне структуре материјала. Антиферромагнетна структура неких оксида (MnO, FeO, NiO итд.), која се не може уочити применом рендгенске дифракције, методом неутронске дифракције постаје доступна за испитивање.

Такозвани спори неутрони чија је енергија упоредива са топлотном енергијом фонона у кристалу, расејавају се нееластично на фононима, тако да се из анализе енергије расејаних неутрона могу добити информације о фононском спектру и међуатомским силама кристала.

### 12.2.2. Микроскопске методе

Први значајан корак у развоју микроскопских метода испитивања материјала учињен је открићем оптичког микроскопа<sup>3</sup>. Резолуција оптичког микроскопа ограничена је таласном природом светлости, што значи да је овим микроскопом немогуће видети предмете димензија мањих од нпр. 200 nm. Један од начина да се повећа резолуција је смањење

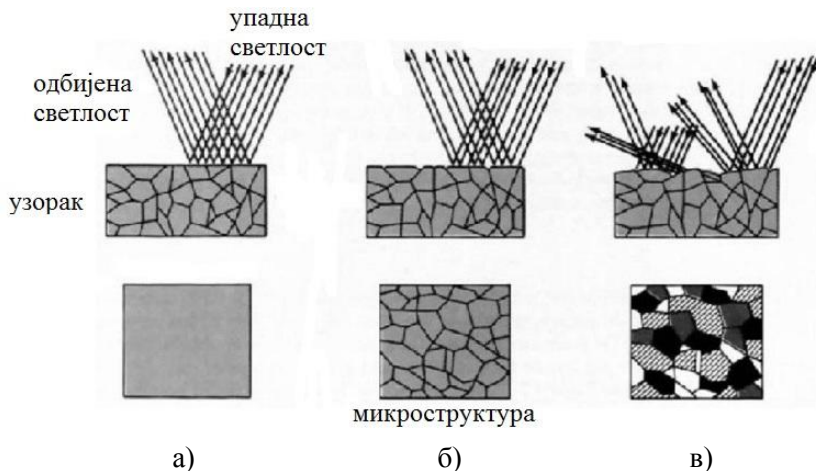
<sup>3</sup>Сматра се да је први оптички микроскоп направљен око 1595. године у Холандији. Откриће се приписује тројци научника, а то су: Hans Lippershey, Hans Janssen и Zacharias Janssen. Веома је значајно и име Антони ван Левенхука (Antony van Leeuwenhoek), холандског трговца и научника, који је у другој половини XVII века направио око 550 микроскопа састављених од само једног биконвексног сочива, од којих је девет сачувано са увећањем од 270 пута.

таласне дужине упадног електромагнетног зрачења, што значи да се може искористити X-зрачење, мада за њега не постоје оптичка сочива као у случају светлости. Други начин је да се искористи таласна природа електрона и уместо светлости користи снап електрона. За електроне који се убрзавају електричним напонем од 20kV, добијају се таласне дужине од око 0.009nm, што је мање од димензија самог атома. У том случају таласне дужине упадног снопа нису више ограничавајући фактор. У односу на то да ли се за добијање увећаног лика користи снап упадне светлости, електрона или X-зрачења, разликују се:

- **оптичка микроскопија** (Optical Microscopy-OM),
- **трансмисиона електронска микроскопија** (Transmission Electron Microscopy-TEM) и
- **рендгенска микроскопија** (X-ray Microscopy).x

### 12.2.2.1. Оптичка микроскопија - OM

Оптичка микроскопија се користи када је довољно добити увећања до 1500 пута, односно резолуцију од око 200nm. То значи да се оптичким микроскопом могу уочити детаљи величине неколико  $\mu\text{m}$ . За микроскопска испитивања се користи тзв. металографски микроскоп помоћу кога се може одређивати микроструктура материјала, удео појединих структура, величина кристалних зрна, оријентација зрна, величина и расподела укључака итд. Оваква врста испитивања захтева посебну припрему узорка брушењем, полирањем и нагризањем како би се добила слика микроструктуре датог материјала (слика 12.6.) и као таква спада у деструктивне методе.



Слика 12.6. Рефлексија светлости и добијена микроструктура:  
 а) полираног ненагриженог, б) полираног нагриженог металног узорка,  
 в) унутрашња структура зрна добијена даљим хемијским нагризањем.

Метални и керамички узорци се најпре полирају како би се добила глатка површина, а затим се хемијски нагризају, при чему је брзина нагризања граница зрна већа у односу на саме кристалите. То доводи до стварања финих жлебова дуж граница зрна. Приликом испитивања металографским микроскопом, упадна светлост неће се интензивно рефлектовати са граница зрна, услед чега ће границе зрна изгледати као црне линије у окулару микроскопа.

Развојем трансмисионе и скенирајуће електронске микроскопије оптичка микроскопија се све мање користи у истраживању метала и легура, али се доста користи код одређених површинских испитивања, посебно микротврдоће.

#### 12.2.2.2. Трансмисиона електронска микроскопија - ТЕМ

Трансмисиона електронска микроскопија је једна од најуспешнијих метода за добијање структурних информација у изузетно великом опсегу увећања. Први трансмисиони електронски микроскоп<sup>4</sup> је направљен у Немачкој 1931. године са резолуцијом од око 100 nm, што је два пута више од оптичког микроскопа. Први комерцијални ТЕМ произведен је 1939. године у Немачкој. Савремени трансмисиони електронски микроскопи са високом резолуцијом достижу резолуцију од 0.2 nm код стандардних ТЕМ и резолуцију 0.1 nm код најбољих микроскопа, што омогућава уочавање појединачних атома.

У оквиру трансмисионе електронске микроскопије разликују се:

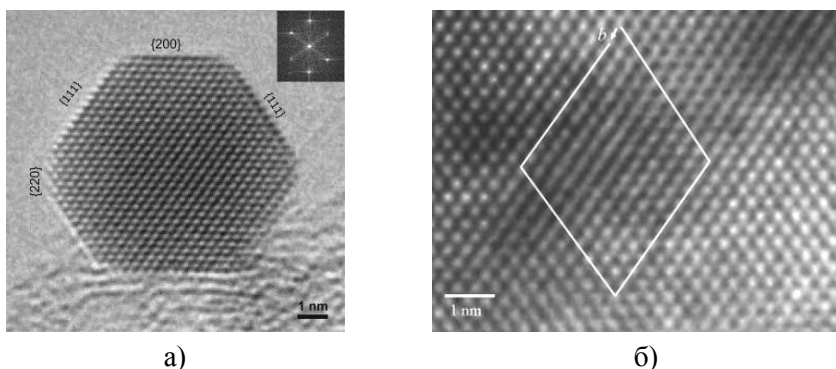
- **стандардна трансмисиона електронска микроскопија** (Conventional Transmission Electron Microscopy-CTEM),
- **аналитичка електронска микроскопија са микроанализом** (Analytical Electron Microscopy with Microanalysis-EMMA),
- **аналитичка трансмисиона електронска микроскопија** (Analytical Transmission Electron Microscopy-ATEM),
- **трансмисиона електронска микроскопија са микроанализом електронском сондом** (Transmission Electron Microscopy with Electron Probe Microanalysis-TEM-EPMA),
- **трансмисиона електронска микроскопија високе резолуције** (High-resolution Transmission Electron Microscopy-HRTEM),
- **трансмисиона електронска микроскопија ултрависоке резолуције** (Ultra High-resolution Transmission Electron Microscopy-UHRTEM),

---

<sup>4</sup>Ernst Ruska, немачки инжењер, дизајнирао је и конструисао први електронски микроскоп 1931. године. За ово откриће добио је Нобелову награду за физику 1986. год.

- скенирајућа трансмисиона електронска микроскопија (Scanning Transmission Electron Microscopy-STEM),
- нисконапонска електронска микроскопија (Low-voltage Electron Microscopy-LVEM) и
- средњенапонска електронска микроскопија (Intermediate-voltage Electron Microscopy-IVEM).

Трансмисиони електронски микроскоп може радити у трансмисионом или рефлексционом моду. Узорци се припремају посебним техникама и морају бити тањи од 200nm како не би дошло до превелике апсорпције електрона. Основне структурне информације које се добијају о материјалу односе се на величину честица (STEM и TEM), величину нанокристалита (HRTEM снимак на слици 12.7.а), дефекте кристалне решетке као што су: дислокације (слика 12.7.б), границе кристалних зрна и фазне границе, грешке слагања итд. Ако су у TEM уграђене додатне опције за хемијску анализу узорака онда су то микроскопи са ознакама ЕММА, АТЕМ или TEM-ЕРМА.



Слика 12.7. HRTEM снимак: а) наночестице AgI сниман паралелно правцу  $[110]$ , у горњем десном углу је дифрактограм наночестице<sup>5</sup>, б) дислокације у узорку и Бургерсовог вектора.

Иако је речено да се помоћу савремених HRTEM могу уочити појединачни атоми, то се односи, пре свега, на елементе са великим редним бројевима. Када се ради о лакшим елементима, тек су најновија истраживања (2010. год.) показала да је могуће врхунском техником идентификовати атоме кисеоника, азота и угљеника, радећи на напонима испод 80kV који не узрокују помаке лакших атома, чиме се повећава резолуција до чак 0.01nm. Што се тиче аморфних материјала још увек није могуће видети распоред појединачних атома.

<sup>5</sup>J.M. Thomas, P.A. Midgley, C. Ducati, R.K. Leary, Nanoscale electron tomography and atomic scale high-resolution electron microscopy of nanoparticles and nanoclusters: A short survey, Progress in Natural Science: Materials International 2013;23(3):222–234.

### 12.2.2.3. Рендгенска микроскопија

Рендгенска микроскопија је почела да се развија одмах након открића X-зрачења. Како би се добила боља резолуција неопходно је повећати растојање између узорка и детектора, смањити ширину извора зрачења и применити вакуум. Савремена рендгенска микроскопија се комбинује са SEM уређајима, тако да достиже резолуцију од 50nm и омогућава конструкцију 3D слике (томографија).

### 12.2.3. Површинске методе

За испитивање површине материјала развијене су различите методе, од којих су најзначајније:

- **скенирајућа електронска микроскопија** (Scanning Electron Microscopy-SEM),
- **нискоенергетска електронска микроскопија** (Low-energy Electron Microscopy-LEEM),
- **скенирајућа тунел микроскопија** (Scanning-tunneling Microscopy-STM),
- **микроскопија атомском силом** (Atomic-force Microscopy-AFM),
- **микроскопија попречном силом** (Lateral-force Microscopy-LFM),
- **микроскопија магнетном силом** (Magnetic-force Microscopy-MFM),
- **микроскопија електричном силом** (Electric-force Microscopy-EFM),
- **микроскопија термичком силом** (Termic-force Microscopy-TFM),
- **скенирајућа оптичка микроскопија блиским пољем** (Near-field Scanning Optical Microscopy-NSOM),
- **микроскопија емисијом јона применом поља** (Field-ion Microscopy-FIM),
- **микроскопија фокусираним јонским снопом** (Focused Ion Beam Microscopy-FIBM) и
- **рефлексиона електронска микроскопија** (Reflection Electron Microscopy-REM).

Сматра се да су први **скенирајући електронски микроскопи-SEM** направљени између 1937. и 1942. године, док је комерцијална производња започела тек 1962. године (Cambridge Scientific). Електронски снап се усмерава према површини узорка материјала помоћу система електромагнетних сочива. Дубина продирања и резолуција зависе од напона, материјала узорка и величине спота (пресек снопа на месту додира са површином узорка). Упадни електрони се враћају или као примарно расејани назад или као секундарно расејани. Секундарно расејани

електрони су слабо везани електрони из проводне зоне датог материјала. Имају ниске вредности енергије, мање од  $50\text{eV}$ , тако да само они електрони, који су створени неколико нанометара испод површине узорка могу изаћи и бити детектовани. Управо овако добијени секундарни електрони се користе за истраживање површина. Ако сноп претражује површину, подаци се преводе у видљиву скенирајућу слику и тиме се може добити анализа рељефа површине, као и хемијски састав.

Скенирајућа електронска микроскопија, као метода за испитивање структуре површине матријала, може се користити само за електрично проводне узорке. Уколико узорак није проводан, пре почетка испитивања, неопходна је посебна припрема депоновањем танког слоја проводног материјала на његову површину.

**Нискоенергетска електронска микроскопија-LEEM** користи еластично расејане електроне за добијање слике површине кристала. Овом методом могу се детектовати различите несавршености кристалне решетке, дислокације, степенице, кристална зрна, суперрешетке и друге нехомогености површине. Принцип рада је заснован на интерференцији расејаних снопова електрона, која у случају површине без несавршености даје једнолико расејање, док у случају неких дефеката долази до помака фазе и конструктивне или деструктивне интерференције, односно до промене интензитета расејаних електрона на детектору. Типичне енергије су  $(100 - 3000)\text{eV}$ , а резолуција око  $2\text{nm}$ .

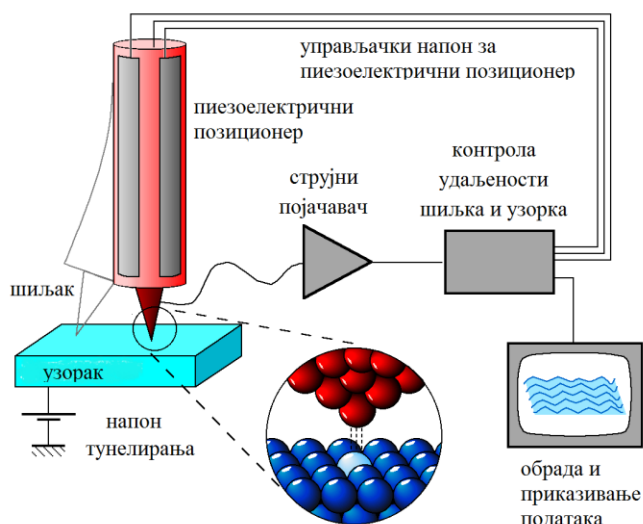
**Скенирајућа тунел микроскопија-STM** користи се од 1981. године када је конструисан први такав микроскоп<sup>6</sup>. Шематски приказ STM дат је на слици 12.8. Веома оштар шиљак креће се на веома малом растојању од површине узорка. Узорак и шиљак се налазе под напоном, што доводи до успостављања струје између њих. Јачина овако успостављене тунелске струје зависи од локалне густине електронских стања на Фермијевом нивоу узорка. Промена ове струје при проласку шиљка преко узорка на константном растојању од његове површине визуализује се у слику површине узорка.

STM је веома захтевна и подразумева изузетну чистоћу узорка и рад у условима високог вакуума како би се постигла атомска резолуција. За рад STM неопходан је вакуум реда  $10^{-8}\text{Pa}$ , а добијена резолуција је већа

---

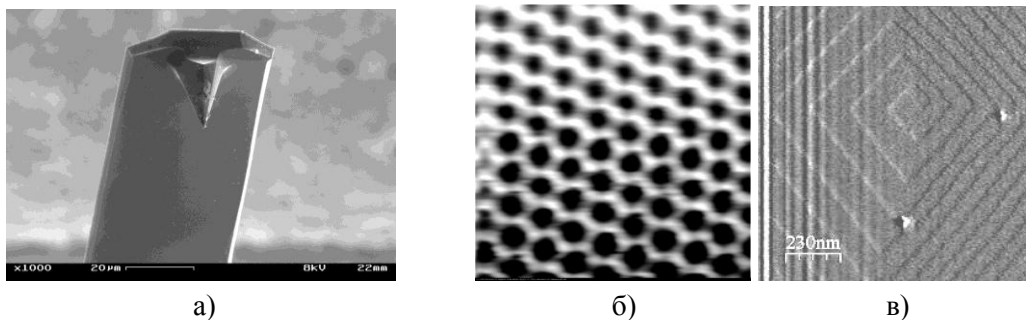
<sup>6</sup>Gerd Binnig и Heinrich Rohrer (IBM's Zurich Research Laboratory) су 1981. године развили скенирајући тунел микроскоп помоћу кога је добијена прва слика индивидуалних атома на површини материјала. За ово своје откриће добили су Нобелову награду за физику 1986. године заједно са Ернстом Руском.

од 1nm. Основни недостатак ове методе је да се не може користити за испитивање диелектричних узорака.



Слика 12.8. Шематски приказ STM.

**Микроскопија атомском силом-AFM** почела је да се развија 1986. године, а комерцијализована је 1989. године. Код овог микроскопа сигнал је пропорционалан међуатомској сили између пробе и површине. Узорак се налази на носачу који може да се креће у сва три правца. Проводна полука са шиљком (слика 12.9.а) се доводи у непосредну близину узорка и скенирајући се креће преко узорка. Изнад полуге са шиљком налази се плочица која са носачем узорка и узорком чини кондензатор. У зависности од промене размака између шиљка и узорка, мења се размак између плоча кондензатора што омогућава испитивање топографије површине узорка. Проба се израђује од веома тврђих материјала (силицијум нитрид, дијамант), а врхови проба су пречника (1–20)nm.



Слика 12.9. а) проводна полука са шиљком, б) AFM снимак графита, в) AFM снимак раста калцита.

AFM има низ предности у односу на STM: јефтинија је и једноставнија за употребу, применљива је на све материјале, а не само на електрично проводне, може радити у вакууму, ваздуху или течности и омогућава резолуцију реда величине димензија атома. На слици 12.9.б) приказан је AFM снимак графита, док је на слици 12.9.в) дат снимак раста монокристала калцита.

Поред AFM користи се и **Микроскопија атомском силом мерењем струје** (Conducting Atomic-force Microscopy-CAFM) помоћу које се осим топографије површине мери и струја између шиљка и површине, што омогућава нпр. одређивање отпорности угљеникових наноцевчица.

**Микроскопија попречном силом-LFM** заснована је на мерењу напона смицања микроскопског шиљка приликом његовог клизања преко површине узорка услед силе трења која се јавља између површине материјала и шиљка. Са шиљком је повезана флексибилна полука која прати померање шиљка преко неравнина. Помоћу рефлектоване светлости мери се савијање полуге, одакле се може одредити сила трења подлоге. Једна од предности ове методе је да није потребан вакуум.

**Микроскопија магнетном силом-MFM** користи се за детекцију локалних магнетних поља која се стварају на ивицама магнетних елемената, нпр. на магнетним доменским зидовима или на наномагнетним честицама. Намагнетисан шиљак, причвршћен за полуку прелази преко површине узорка на висини од око 90 nm и у зависности од његове магнетне поларизације доћи ће до његовог одбијања или привлачења, што се ласерски детектује. Постигнута резолуција износи (10–20) nm. Код изолаторских материјала примењује се **микроскопија променљивом магнетном силом** (Magnetic Exchange Force Microscopy-MExFM) код које размак између шиљка и површине износи свега неколико десетих делова нанометра.

**Микроскопија електричном силом-EFM** је заснована на мерењу електростатичке интеракције између метално пресвученог шиљка и површине. Ова метода се користи за испитивање електронских уређаја нанометарских димензија, посебно за утврђивање грешака у производњи. У новије време све више се користи у молекуларној биологији.

**Микроскопија термичком силом-TFM** је заснована на скенирању површине термочланком и мерењу локалних промена температуре површине.

**Скенирајућа оптичка микроскопија блиским пољем-NSOM** користи се за испитивање рефлексионих особина површине материјала детектујући расејану светлост. За преношење светлости на површину



користе се оштра оптичка влакна. Ова метода је посебно важна код испитивања магнетне структуре материјала, нпр. магнетних домена у микро и наноструктурама. У том случају ако се намагнетисан узорак осветли поларизованом светлошћу, доћи ће до ротације равни поларизације пропуштене<sup>7</sup> или рефлектоване<sup>8</sup> светлости, при чему обртање равни поларизације зависи од јачине магнетизације. Предност методе је да није потребан вакуум приликом испитивања, као ни посебно чиста површина. Коришћењем финих оптичких влакана са шиљком од око 10 nm и довођењем влакана близу површине материјала на око 20 nm, може се добити резолуција реда величине шиљка влакна, односно 10 nm.

**Микроскопија емисијом јона применом поља-FIM** је заснована на извлачењу електрона из шиљка помоћу јаког електричног поља и посматрању слика на флуоресцентном заклону. Оштар шиљак (полупречника око 100 nm), који се налази у вакуумској комори и око кога је формирано јако електрично поље, усмерен је ка флуоресцентном заклону. У комори се налази одговарајући гас, водоник или хелијум, који се у додиру са шиљком јонизује. Позитивни јони убрзавају се ка негативно наелектрисаном заклону, стварајући атомску слику површине шиљка. Овом методом постижу се резолуције и до 0.2 nm

**Микроскопија фокусираним јонским снопом-FIBM** се користи за уклањање одређеног слоја са материјала. Данас се интензивно користи за припремање танких узорака за испитивање TEM-ом или SEM-ом, посебно када се ради о узорцима тврдих материјала. Метода је заснована на убрзавању добро фокусираног снопа јона, најчешће галијума, који удара у површину материјала са кога је потребно уклонити одређени слој (енг. FIB-milling). Често се ова метода назива и **Нагризање фокусираним јонским снопом** (Focused Ion Beam Milling-FIBM). Савремени инструменти имају пречник снопа мање од 5 nm, што омогућава скидање врло мале количине материјала.

**Рефлексиона електронска микроскопија-REM** се углавном користи за посматрање и испитивање појединих површинских дефеката. Резолуција је много мања у односу на STEM.

---

<sup>7</sup>Faraday-ев ефекат је индукована оптичка активност, односно ротација равни поларизације, линеарно поларизоване светлости, при проласку кроз кристал у присуству магнетног поља паралелног упадном светлосном снопу.

<sup>8</sup>Магнетно-оптички Керг-ов ефекат описује промену рефлектоване светлости која се рефлектује са намагнетисане површине.

### 12.3. МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА ХЕМИЈСКОГ САСТАВА

У методе испитивања хемијског састава спадају: спектроскопске методе, електрохемијска анализа, термометријска анализа, хроматографија итд. Посебно су значајне спектроскопске методе у оквиру којих се разликују:

- **оптичка спектроскопија** (Optical Spectroscopy-OS)
- **електронска спектроскопија** (Electron Spectroscopy-ES),
- **јонска спектроскопија** (Ion Spectroscopy-IS) и
- **рендгенска спектроскопија** (X-ray Spectroscopy-XS).

Спектроскопске методе испитивања материјала допуњују методе рендгенске дифракције јер дају информације на нивоу локалне структуре, за разлику од дифракционих метода које пружају информације о дугодоментној уређености структуре материјала. Због тога се спектроскопским методама подједнако добро могу испитивати не само кристални већ и аморфни материјали.

#### 12.3.1. Оптичка спектроскопија

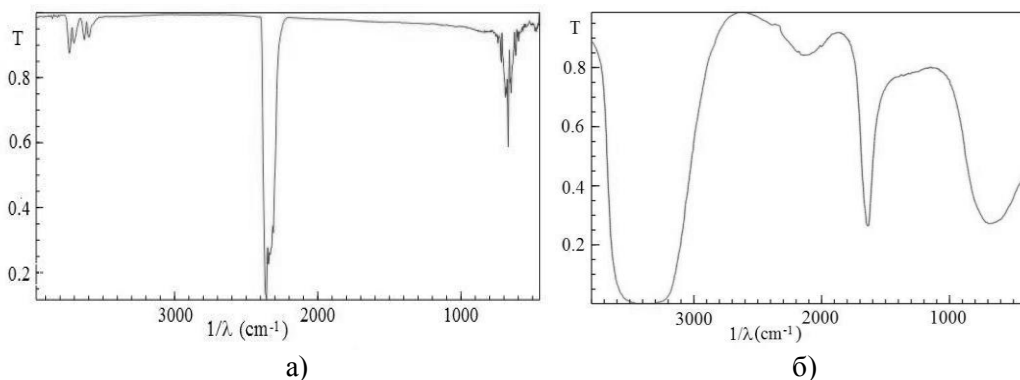
У оквиру оптичке спектроскопије развијен је велики број различитих метода и техника од којих су најзначајније:

- **инфрацрвена спектроскопија** (Infrared Spectroscopy-IS), за идентификацију непознатих супстанци,
- **Раманова спектроскопија** (Raman Spectroscopy-RS), за испитивање хетерогености материјала, природе фаза и њихове расподеле,
- **елипсометрија** (Ellipsometry), за одређивање дебљине танких филмова,
- **луминисценција** (Luminescence), за испитивање микроструктурних нехомогености у материјалу,
- **флуоресцентна спектроскопија** (Fluorescence Spectroscopy-FS) за хемијску анализу нечистоћа код полупроводничких материјала итд.

За испитивање хемијског састава материјала најзначајније су инфрацрвена и Раманова спектроскопија.

**Инфрацрвена спектроскопија-IS** (уобичајен је и назив вибрациона спектроскопија) обухвата велики број различитих техника испитивања хемијског састава материјала заснованих на апсорпцији инфрацрвеног зрачења. За дати узорак који може бити у чврстој, течной или гасовитој фази помоћу инфрацрвеног спектрометра добија се график спектралне расподеле апсорпције или трансмисије инфрацрвеног зрачења (слика 12.10.). Метода је заснована на чињеници да молекули апсорбују зрачење

само одређених фреквенција које су карактеристичне за њихову структуру, на основу чега се може вршити идентификација њиховог присуства у материјалу.



Слика 12.10. Инфрацрвени спектар: а) угљендиоксида, б) воде.

Инфрацрвена спектроскопија је једноставна и поуздана метода која има широку примену у органској и неорганској хемији, у испитивањима материјала у индустрији, као и у истраживањима. Користи се у контроли квалитета, динамичким мерењима и мониторингу нпр. концентрације угљен диоксида у стакленицима. Такође се користи у форензичкој анализи, у идентификовању деградације полимера итд. Не могу се користити за испитивање метала јер њихови атоми немају осцилације у области фреквенција инфрацрвеног зрачења.

**Раманова спектроскопија-RS<sup>9</sup>** се користи за изучавање вибрационих, ротационих и других нискофреквентних модова система. Заснива се на нееластичном расејању монохроматског зрачења у видљивом, блиском инфрацрвеном или блиском ултраљубичастом делу спектра. Ласерско зрачење интерагује са фононима, услед чега долази до помераја енергетских нивоа фотона ласерског зрачења навише или наниже. На основу енергетског помераја могу се добити информације о вибрационим модовима система.

Данас се користе различите варијације ове методе: површински појачано Раманово расејање (Surface-enhanced Raman spectroscopy-SERS), резонантна Раманова спектроскопија (Resonance Raman spectroscopy-RRS), спонтанна Раманова спектроскопија (Spontaneous Raman spectroscopy-SRS), стимулирана Раманова спектроскопија (Stimulated Raman spectroscopy), Раманова оптичка активност (Raman optical activity-ROA), Раманова трансмисија (Transmission Raman) и друге методе.

<sup>9</sup>Метода је добила назив по Раману (Sir Chandrasekhara Venkata Raman), индијском физичару, добитнику Нобелове награде за допринос у области расејања светлости 1930.

Како сваки Раманов максимум одговара одређеном вибрационом моду неке хемијске везе, применом ове методе могу се добити информације о хетерогености материјала, природи веза и њиховој расподели, величини честица итд. Посебно је погодна за изучавање наноматеријала, као и у медицинској дијагностици.

### 12.3.2. Електронска спектроскопија

У интеракцији упадних електрона и атома испитиваног материјала може доћи до различитих процеса на основу којих се разликују следеће методе електронске спектроскопије:

- **хемијска анализа електронском спектроскопијом** (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis-ESCA),
- **Ожеова електронска спектроскопија** (Auger Electron Spectroscopy-AES),
- **спектроскопија губитка енергије електрона** (Electron Energy Loss Spectrometry-EELS) итд.

**Хемијска анализа електронском спектроскопијом-ESCA** обично користи нискоенергетске рендгенске фотоне за јонизацију површинских атома. Метода се у том случају назива спектроскопија рендгенским фотоелектронима-XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy), а хемијска анализа се врши на основу енергије избачених електрона. Уколико се користе фотони ултраљубичастог зрачења ради се о спектроскопији ултраљубичастим фотоелектронима-UPS (Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy). На основу Ајнштајнове једначине за фотоелектрични ефекат, мерењем енергије избачених електрона и познавањем енергије упадних фотона и излазног рада испитиваног материјала, може се одредити енергија везе електрона у атому, а на основу тога извршити идентификација елемената у површинском слоју.

**Ожеова електронска спектроскопија-AES** заснована је на емисији тзв. Ожеових електрона. Упадни високоенергетски електрон избацује електрон из К љуске која се након тога попуњава електроном из  $L_1$  квантног стања. При томе се емитује фотон који има довољну енергију да избаци секундарни електрон из стања  $L_{2,3}$ . Овако избачени секундарни, Ожеови електрони имају енергију која је карактеристична за одређени хемијски елемент, чиме је омогућена хемијска анализа испитиваног материјала, посебно у површинском слоју.

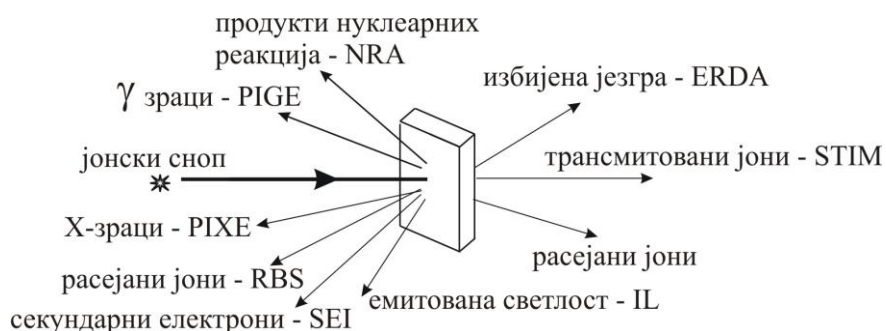
Уколико се уместо упадног електронског снопа користи рендгенско зрачење, метода се назива спектроскопија Ожеовим електронима побуђеним рендгенским зрачењем-XAES (X-ray Induced Auger Electron Spectroscopy). Ожеови електрони могу се користити за хемијску анализу

површине материјала у савременим SEM инструментима, а сама метода се назива скенирајућа Ожеова микроскопија-SAM (Scanning Auger Microscopy).

**Спектроскопија губитка енергије електрона-EELS** заснива се на појави да упадни електрони интерагујући са узорком испитиваног материјала побуђују електроне унутрашњих љуски, при чему губе тачно одређени део енергије што доводи до карактеристичних пикова у спектру губитака енергије упадних електрона. Овако добијени спектар карактерише одређени хемијски елемент и може се користити за хемијску анализу датог узорка.

### 12.3.3. Јонска спектроскопија

У јонској спектроскопији се користе јони који се убрзавају тако да њихове енергије достижу вредности од неколико MeV. У интеракцији упадних јона и атома испитиваног узорка може доћи до јонизације атома мете, различитих врста расејања, као и нуклеарних реакција. За карактеризацију материјала користе се процеси јонизације и расејања, док су нуклеарни процеси најмање вероватни. Шематски приказ могућих процеса интеракције упадних јона и атома мете приказан је на слици 12.11.



Слика 12.11. Шематски приказ процеса интеракције упадних јона и атома мете.

У зависности од претходно наведених процеса интеракције разликују се следеће методе јонске спектроскопије:

- **емисија рендгенских зрака побуђених честицама** (Particle Induced X-Ray Emission-PIXE), која служи за одређивање хемијског састава материјала узорка,
- **емисија гама зрака побуђених честицама** (Particle Induced Gamma Emission-PIGE), чијом се анализом могу одредити изотопи елемената,

- **Радерфордова спектроскопија повратним расејањем јона** (Rutherford Backscattering Spectrometry-RBS), којом се одређује елементарни састав и дубинска расподела елемената у материјалу,

- **осликавање секундарним електронима** (Secondary Electron Imaging-SEI), који настају јонизацијом атома материјала на површини узорка чиме се одређује морфологија површине материјала,

- **скенирајућа трансмисиона јонска микроскопија** (Scanning Transmission Ion Microscopy-STIM), којом се на основу промене енергије јона који су прошли кроз материјал одређује дебљина узорка,

- **анализа детекције еластичног узмака** (Elastic Recoil Detection Analysis-ERDA), којом се на основу енергија честица које су избијене из мете јонским снопом одређује елементарни састав и дубинска расподела елемената у материјалу (посебно састав и дебљина нанометарских танких слојева),

- **јонолуминисценција** (Ionoluminescence-IL) заснована на емитованој светлости јонизованих атома узорка, која даје информације о хемијској формули или кристалној структури материјала,

- **масена спектроскопија секундарних јона** (Secondary-Ion Mass Spectroscopy-SIMS) заснована на емисији секундарних јона са површине узорка (sputtering process),

- **анализа нуклеарних реакција** (Nuclear Reaction Analysis-NRA) заснована на емисији честица из нуклеарних реакција до којих долази у нееластичним сударима упадних јона и атомских језгара узорка (на основу врсте и енергије емитованих честица могу се одредити изотопи елемената).

**Масена спектроскопија секундарних јона-SIMS** представља најосетљивију методу за детекцију неког елемента у материјалу. Заснива се на емисији секундарних јона са површине узорка, који настају тако што се атоми узорка који су добили довољну енергију у судару са упадним јонима даље сударају са суседним атомима. Информације о хемијском саставу узорка датог материјала добијају се анализом односа  $m/e$  избачених јона. Уколико избачени атоми нису јонизовани, неопходно је извршити накнадну јонизацију ласерским зрачењем или електронским снопом, а метода се назива секундарна неутрална масена спектроскопија-SNMS (Secondary Neutral Mass Spectroscopy).

#### 12.3.4. Рендгенска спектроскопија

Рендгенско зрачење се може користити за различита структурна испитивања, анализу и карактеризацију материјала дифракцијом, емисијом и апсорпцијом.

**Емисионе методе** засноване су на карактеристичном рендгенском зрачењу. Најчешће коришћене методе су:

- **рендгенска флуоресценција** (X-ray Fluorescence-XRF), која се користи за квантитативно одређивање хемијског састава узорка датог материјала на основу карактеристичног рендгенског зрачења које се емитује из атома под дејством високоенергетских електрона,
- **микроанализа електронском пробом** (Electron Probe Micro-analysis-EPMA), која се најчешће користи за испитивање хемијске хетерогености материјала.

**Микроанализа електронском пробом-EPMA** заснива се на истом принципу као рендгенска флуоресценција, са том разликом да се испитивани узорак налази у микроскопу и користи се упадни сноп електрона који се користи за стварање микроскопске или дифракционе слике. Осим тога, за разлику од рендгенске флуоресценције која се користи за испитивање масивних узорака, електронском пробом се могу испитивати врло мали узорци и кристали у узорку. Ова метода се данас користи у савременим електронским уређајима (SEM и TEM) са пречником снопа електрона мањим од 2 nm, што омогућава хемијску анализу површина и запремина нанометарских димензија.

**Апсорпционе методе** су засноване на апсорпцији рендгенског зрачења у материјалу. Најчешће коришћене су:

- **спектроскопија рендгенском апсорпцијом** (X-ray Absorption Spectroscopy-XAS),
- **финоструктурна спектроскопија рендгенском апсорпцијом** (X-ray Absorption Fine Structure Spectroscopy-XAFS),
- **структура рендгенске апсорпције близу прага-XANES** (X-ray Absorption Near Edge Structure) итд.

За мање вредности енергије упадног зрачења, коефицијент апсорпције опада са порастом енергије ( $\mu(E) \approx 1/E^3$ ). При повећању енергије до вредности која одговара карактеристичном рендгенском зрачењу уочава се нагли скок вредности коефицијента апсорпције, тзв. апсорпцијски праг (X-ray absorption edge), када долази до емитовања фотоелектрона. Избачени електрони могу се схватити као сферни таласи који погађајући суседне атоме и могу бити рефлектовани или расејани уназад. Ови таласи интерферирају са новим долазећим електронима, и у случају конструктивне интерференције долази до појачања коефицијента апсорпције, док за деструктивну интерференцију коефицијент апсорпције опада. То доводи до периодичне промене коефицијента апсорпције која зависи од броја атома, њиховог редног броја и међуатомског растојања.

Апсорпционе методе се могу користити за испитивање аморфних, кристалних и нанокристалних материјала. XAFS је једина метода за одређивање краткодметне уређености атома у аморфним материјалима, где рендгенска дифракција не може да да резултате.

#### 12.4. МЕТОДЕ МЕХАНИЧКИХ ИСПИТИВАЊА

Механичка својства материјала су веома важна, посебно у машинству, јер указују на понашање материјала под дејством спољашњих сила. Основна механичка својства су: тврдоћа, чврстоћа, еластичност, пластичност, жилавост лома, пузање итд.

**Тврдоћа** је особина која показује колико је материјал отпоран на продирање другог тврђег тела у његову површину. Ова особина је посебно важна за машинске делове који су у сталном покретном контакту са другим деловима.

**Чврстоћа** је особина материјала која показује колика оптерећења (силе и моменте сила) може издржати неки део. У зависности од тога, на који начин се оптерећује материјал постоје: затезна чврстоћа, чврстоћа на притисак, чврстоћа на савијање и чврстоћа на увијање.

**Еластичност** представља способност материјала да се након деформисања услед деловања силе, врати у првобитни облик. Сви метали и легуре при малом напону показују еластично понашање, што значи да су деформације повратне и зависност између напона и деформације је линеарна. Граница еластичности ( $R_e$ ) је гранични напон до којег не настају никакве трајне деформације у материјалу. Ниску вредност границе еластичности има сиви лив, док је код челика граница еластичности сасвим близу границе развлачења. Повећањем напона изнад границе еластичности долази до пластичног деформисања материјала.

**Пластичност** представља способност материјала да након престанка дејства силе задржи деформисани облик. Деформације су резултат деловања унутрашњег напона у материјалу елемента, који доводи до трајне измене облика и димензија. Пластичне деформације јављају се код елемената израђених од пластичних-растегљивих материјала (меки челици, алуминијум, бакарне легуре итд.), док се код кртих материјала (каљени челици, ливено гвожђе и стакло) практично не јављају. Поједини материјали постају пластични тек после загревања на одговарајућу температуру (метали и легуре, неке пластичне масе итд.) или у присуству воде (глина, цемент и др.).



**Жилавост** (ударна жилавост) је особина која показује колика је отпорност материјала на ударац. Ова особина је важна за делове који су оптерећени на променљива и ударна оптерећења. Количина механичке енергије утрошена за разарање ударом је мера ударне жилавости.

**Пузање** представља постепено деформисање материјала под дејством константног напона, мањег од граничног напона развлачења. При повишеним температурама, пузање је лимитирајући критеријум при пројектовању, тако да се гранична деформација даје у облику дозвољеног критеријума у току века трајања комада при раду на вишим температурама. Дакле, дефинише се максимални дозвољени напон обзиром на изабрани век трајања. Пузање је комплексан феномен који укључује време, температуру, напон и деформације.

**Замор материјала** представља постепено разарање материјала услед дуготрајног дејства периодично променљивих напона. Тако изазван прелом назива се прелом услед замора. За појаву лома није од одлучујућег значаја само висина напона, већ и учесталост његовог понављања. При учесталом понављању неког напона многи машински делови се ломе, иако је тај напон знатно мањи од статичког напона потребног за лом.

Методе испитивања механичких својстава материјала спадају у деструктивне методе. Захтевају посебну припрему узорка-епрувете који треба да буде подвргнут дејству силе и често уништен током испитивања. Ова испитивања могу се поделити на:

- статичка испитивања материјала,
- динамичка испитивања материјала и
- технолошка испитивања.

**Статичка испитивања материјала** подразумевају испитивања обављена: при мирном дејству силе; са постепеним порастом силе, тако да се цело испитивање обави у одређено време; са одређеним порастом силе у јединици времена или са одређеним порастом напона за јединицу времена. Ова врста испитивања се врши на собној температури. То су основна испитивања код метала, која су до скоро била и једина, на основу чијих је резултата вршена класификација метала, а посебно челика.

**Динамичка испитивања материјала** подразумевају тестове при којима сила делује једним или поновљеним ударом и испитивања при којима се вредност силе мења у извесном опсегу по одређеном закону и са одређеном учестаношћу (одређен број промена величине силе у одређеним границама за јединицу времена, као што је нпр. испитивање пулсирањем, при коме се сила мења 50-500 пута између двеју граничних вредности за један минут).

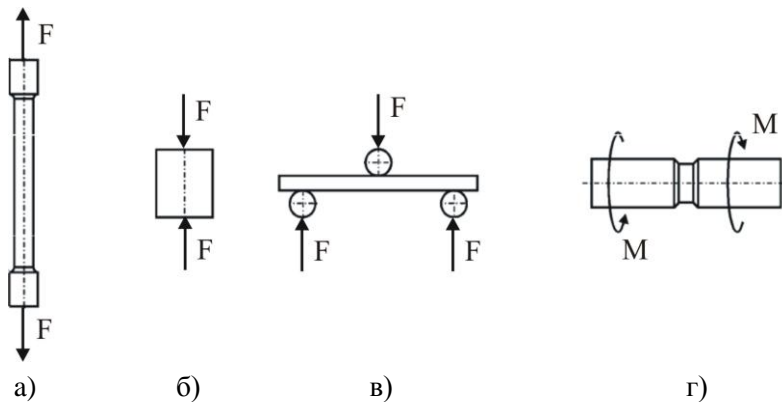
**Технолошка испитивања** обухватају једноставне поступке и не захтевају сложене уређаје и апаратуре, као ни скупу припрему узорка. Временом су усавршена тако да данас за већину поступака постоје прописи и стандарди који тачно дефинишу услове испитивања, који се подешавају тако да одговарају условима примене. Узорци за испитивање морају бити у стању у каквом ће бити примењени. На овај начин испитује се велики број металуршких производа: лимови, жице, цеви итд. како би се утврдила њихова способност за деформисање.

У односу на механичка својства, методе механичких испитивања обухватају:

- мерења чврстоће (чврстоћа на извлачење, прекидна чврстоћа)
- мерења тврдоће (тврдоћа по Бринелу, тврдоћа по Викерсу, тврдоћа по Роквелу, Мосова скала тврдоће итд.),
- испитивања ударне жилавости (испитивање Шарпијевим клатном, испитивање ударног рада лома по Изоду, температура нулте дуктилности по Пелинију итд.),
- испитивања из подручја механике лома,
- корозиона испитивања (општа корозија, корозија уз напрезање при деловању различитих агресивних средина),
- статичка и динамичка испитивања пузања, замора материјала,
- притисне пробе (испитивање на увијање, савијање, смицање) итд.

#### 12.4.1. Испитивање чврстоће материјала

У зависности од деловања силе на материјал разликују се: затезна чврстоћа, чврстоћа на притисак, чврстоћа на савијање и чврстоћа на увијање (слика 12.12.).



Слика 12.12. Испитивање: а) затезне чврстоће, б) чврстоће на притисак, в) чврстоће на савијање и г) чврстоће на увијање.

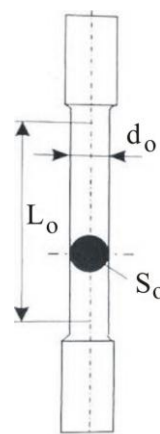
### Затезна чврстоћа

Затезање је врста механичког напрезања где силе делују аксијално дуж осе предмета. Силе су истог правца и интензитета, а супротног смера и њиховим деловањем смањује се пречник а повећава дужина узорка. Испитивање затезањем изводи се на машинама - **кидалицама** које треба да обезбеде равномерно преношење силе на тзв. епруету која се налази у чељустима машине.

Приликом испитивања материјала користе се кидалице различитих мерних подручја (оптерећења од 100 kN и 600 kN). Рачунаром управљана кидалица Shimadzu AG-X (слика 12.13.а) омогућава испитивање и записивање резултата у електронском облику као и добијање Хуковог дијаграма на основу добијених резултата испитивања материјала.



а)



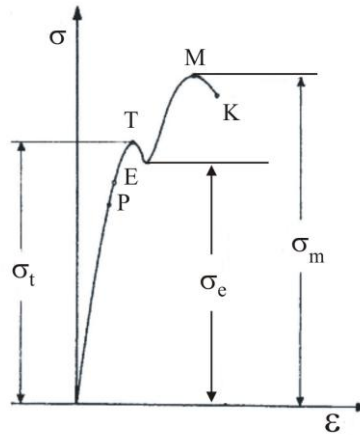
б)

Слика 12.13. а) Кидалица Shimadzu AG-X: мерни опсег до 100 kN, б) Облици епрувета за статичко испитивање на затезање: округла и плосната епрувета.

**Епрувета** се у подужном правцу излаже затезним силама до прекида, при чему се на уређају за регистровање оптерећења прати ток силе. На слици 12.13.б) приказана је епрувета са кружним попречним пресеком  $S_0$  за статичко испитивање на затезање (епрувете могу бити израђене и са попречним пресеком у облику квадрата или правоугаоника). Испитивање затезањем понекад се изводи на готовим елементима и деловима конструкција, који су при експлоатацији изложени затезним напрезањима, да би им се установила носивост, односно сила потребна да изазове прекид.

График зависности напона од деформације за ниско угљенични челик, приказан је на слици 12.14., где се могу уочити следеће карактеристичне тачке: Р-граница линеарности, Е-граница еластичности,

Т-граница течења (развлачења), М-затезна чврстоћа и К-тачка кидања материјала. Испитивањем на кидалицама може се утврдити напон затезне чврстоће  $\sigma_m$ , напон границе еластичности материјала  $\sigma_e$ , напон течења  $\sigma_t$ , истегљивост, контракција, модул еластичности  $E$  итд.



Слика 12.14. Зависност напона од деформације за ниско угљенични челик.

### Чврстоћа на притисак

Чврстоћа на притисак представља однос максималне силе коју узорак материјала (епрувета) може да издржи оптерећен на притисак, пре лома, и површине првобитног попречног пресека узорка. Испитивање притискивањем је по смеру дејства силе и знаку деформације обрнуто од испитивања затезањем. И у овом случају долази до промене попречног пресека узорка са том разликом што попречни пресек расте. Чврстоћа на притисак се може одредити само код кртих материјала, јер се под дејством притисне силе епрувете сачињене од ових материјала ломе, док код жилавих материјала не долази до лома.

### Чврстоћа на савијање

Испитивање отпорности материјала при савијању се ређе примењује. Овим поступком се углавном испитују крти материјали (нпр. сиви лив) који се ломе при релативно малом углу савијања. При савијању жилавих материјала, не долази до лома, тако да се испитивање своди на налажење напона при којем почињу да настају трајне деформације. Много чешће се испитивање савијањем изводи као технолошка проба како би се одредила жилавост материјала, односно његова способност деформисања. Код таквог испитивања силе делују попречно на узорак-епрувету који се налази између два ослонца.

### 12.4.2. Испитивање тврдоће материјала

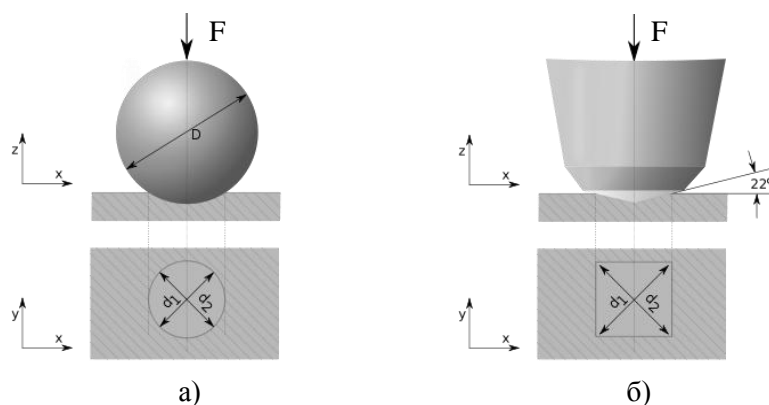
Постоји већи број метода за испитивање тврдоће материјала које се у основи могу поделити на:

- **Испитивања тврдоће статичким дејством силе**, где спадају: поступци код којих је тврдоћа дефинисана односом силе (којом је вршено утискивање) и површине добијеног отиска и поступци код којих се као основа за одређивање тврдоће узима трајна дубина отиска. У прву групу спадају методе испитивања тврдоће по Бринелу, Викерсу и Мејеру, а у другу метода испитивања тврдоће по Роквелу.

- **Испитивања тврдоће динамичким дејством силе**. За разлику од испитивања тврдоће статичким дејством силе где је утискивач изложен дејству силе за неко одређено време, код испитивања тврдоће динамичким дејством силе куглица или ваљчић ударају извесном кинетичком енергијом на испитивани узорак. Уређаји за испитивање тврдоће динамичким дејством силе једноставнији су и јефтинији од апарата за статичке поступке. Као лако покретљиви уређаји, погодни су за одређивање тврдоће великих комада и материјала на складиштима.

#### 12.4.2.1. Бринелова метода

Бринел је 1900. године објавио поступак према коме се тврдоћа дефинише као однос силе којом се утискује куглица од тврдог материјала (челик или тврди метал) одређеног пречника, и површине отиска који она направи у испитиваном материјалу (слика 12.15.а).



Слика 12.15. Шематски приказ мерења тврдоће по: а) Бринелу, б) Викерсу.

Пошто је утискивач облика лопте, отисак који она остави у испитиваном материјалу ће имати облик калоте чија је површина:

$$S = \pi D h = \frac{\pi D^2}{2} - \frac{\pi D}{2} \sqrt{D^2 - d^2} \quad (12.2)$$

где је:  $S$ -површина калоте,  $h$ -дубина отиска,  $D$ -пречник куглице и  $d$ -пречник отиска. Уколико је  $F$ -сила утискивања онда је **тврдоћа по Бринелу - HB** дата следећим изразом:

$$HB = \frac{F}{S} = \frac{2F}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \left[ \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} \right] \quad (12.3)$$

У зависности од утискивача, тврдоћа по Бринелу се означава:

- **HBS** (енг. Hardness Brinell Steel indenters) - челична куглица, за мерење тврдоће до HB 450.
- **HBW** (енг. Hardness Brinell Wolfram carbide) - куглица од тврдог метала за мерење тврдоће до HB 650.

Бринеловом методом може се мерити тврдоћа еластопластичних материјала и до  $4500 \text{ N/mm}^2$ , јер тврдоћа челичне куглице износи  $(6500-7000) \text{ N/mm}^2$ . Бројна вредност измерене тврдоће уноси се испред ознаке за тврдоћу, а иза ове ознаке у индексу се уносе услови испитивања по следећем редоследу: пречник куглице  $D$  [mm], сила утискивања  $F$  [daN] и време утискивања  $t$  [s]. (нпр. 190 HBS 2.5/187.5/15).

Пречник куглице (утискивач) зависи и од дебљине узорка који се испитује, тако да се за дебљину узорка већу од 6 mm, користи куглица пречника 10 mm; за дебљину узорка од (3-6) mm, користи се куглица пречника 5 mm итд. Треба обратити пажњу на то да дебљина узорка буде бар 8 пута већа од дубине утискивања  $h$ . Ова ограничења су неопходна како би се на материјалима различитих тврдоћа и на узорцима различитих дебљина добили упоредиви резултати, јер се може десити да је удубљење куглице једва видљиво или да куглица сасвим пробије узорак, што даје непоуздане резултате.

Уређаји за испитивање тврдоће, преко система полуга, остварују статичко дејство одговарајућих сила на утискивач и уједно на узорак постављен на постоље апарата. Обично је исти уређај намењен и за мерење тврдоће по Викерсу (слика 12.16.а), с тим што се мења утискивач и избор потребног оптерећења, па се овакав уређај назива и Бривископ. Ови уређаји су опремљени оптичким системом за мерење пречника отиска куглице са тачношћу и до 0,01 mm. За мерење тврдоће потребно је извршити одговарајућу припрему површине узорка чишћењем, одмашћивањем и машинском обрадом (брушењем, полирањем).

Предности испитивања тврдоће по Бринелу су: лако мерење величине отиска (нонијусом), једноставна припрема површине узорка (довољно је грубо брушење) и селективност методе. Основни недостаци ове методе су: немогућност испитивања материјала високе тврдоће, зависност тврдоће од оптерећења (према "степену оптерећења" треба изабрати одговарајућу силу) и релативно велики отисак који функционално или естетски оштећује површину (уколико се тврдоћа мери на производу, а не на узорку).

#### 12.4.2.2. Викерсова метода

Тврдоћа по Викерсу - **HV** се дефинише као количник силе  $F$  којом се делује на дијамантски утискивач у облику правилне четворостране пирамиде са углом на врху од  $136^\circ$ , и површине отиска утискивача на површини узорка који се испитује (слика 12.15.б).

Површина отиска дата је следећим изразом:

$$S = \frac{4ah}{2} = \frac{d^2}{2\sin\frac{136}{2}} \approx \frac{d^2}{1,8544} \quad (12.4)$$

где је:  $S$  [mm<sup>2</sup>]-површина отиска у облику правилне четворостране пирамиде,  $h$  [mm]-дубина отиска,  $a$  [mm]-стрица квадрата и  $d$  [mm]-дијагонала отиска. Уколико је  $F$  [daN]-сила утискивања онда је **тврдоћа по Викерсу - HV** дефинисана изразом:

$$HV = \frac{F}{S} = \frac{2F\sin\frac{136}{2}}{d^2} \approx \frac{1,8544F}{d^2} \quad (12.5)$$

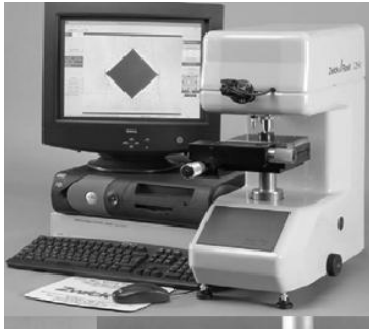
Овом методом могу се мерити тврдоће материјала од најмекших до најтврђих. У зависности од величине силе утискивања разликују се:

- Испитивања тврдоће по Викерсу када сила утискивања износи (49–980) daN ,
- Испитивања тврдоће по Викерсу са малим оптерећењима када је сила утискивања (1.96–49) daN и
- испитивања микротврдоће када је сила утискивања мања од 1.96 daN .

Смањивањем силе утискивања повећава се расипање резултата, посебно код испитивања микротврдоће. Потребно време утискивања утискивача у површину узорка материјала мора да обезбеди равномерни прираст силе до одабране вредности. Ово време наношења силе износи (10–15) s .

Бројна вредност измерене тврдоће се уноси испред ознаке за тврдоћу, а иза ознаке, у индексу, уносе се услови мерења по следећем редоследу: сила утискивања  $F$  [daN] и време утискивања у секундама (нпр. 460 HV 30/20). У случају када је време утискивања (10–15) s, онда се у ознаку уноси само сила утискивања.

Уређај за испитивање тврдоће по Викерсу обезбеђује статичко дејство оптерећења на утискивач преко система полууга. У највећем броју случајева се изврши само замена утискивача и оптерећења на уређају који се користи за испитивање тврдоће по Бринелу (слика 12.16.а).



а)



б)

Слика 12.16. Апарат за мерење тврдоће по: а) Викерсу, б) Роквелу.

Предности Викерсове методе су: могућност мерења тврдоће и најтврђих материјала, што је постигнуто применом дијаманта за утискивач и геометријом утискивања, врло мали отисак који не оштећује површину, могућност мерења и врло танких узорака применом мале силе, употребом мале силе могуће је измерити тврдоћу појединих кристалних зрна. Ова метода се једина примењује за мерење тврдоће материјала у научно-истраживачке сврхе. Недостаци Викерсове методе су: непходност коришћења мерног микроскопа за мерење величине отиска, као и металографска припрема узорка која подразумева не само брушење већ и полирање узорака.

### 12.4.2.3. Роквелова метода

Тврдоћа по Роквелу-**HR** је поступак за одређивање тврдоће материјала, где се утискује посебан утискивач у површину испитиваног материјала, при чему се не мери површина отиска, већ његова дубина. Утискивач је **дијамантска купа** са углом на врху од  $120^\circ$  (са полу-пречником заобљења на врху од 0.2 mm) или **челична куглица** пречника 1.5875 mm (1/16 инча) или 3.175 mm (1/8 инча). Постоји велики број поступака мерења тврдоће по Роквелу који се разликују у зависности од врсте утискивача и величине силе утискивања.

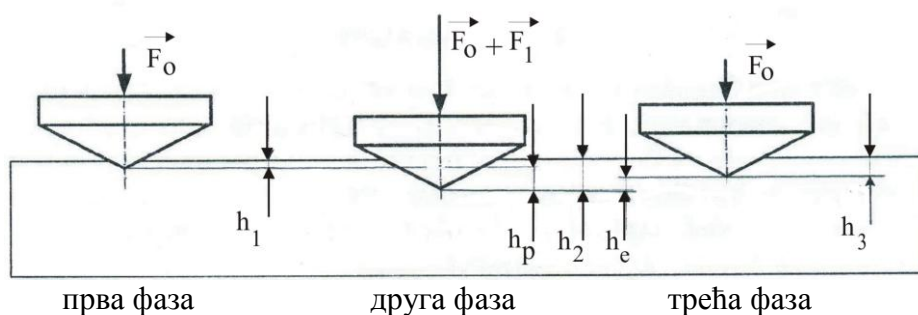


У зависности од врсте материјала чија се тврдоћа испитује, бира се утискивач и величина силе утискивања. У пракси се при мерењу тврдоће машинских материјала најчешће примењују поступци HRB (енг. Ball-лопта, куглица) и HRC (енг. Cone-конус). Код ове методе поступак мерења тврдоће одвија се у три фазе (слика 12.17):

- **Прва фаза** утискивања отклања утицај површинских неравнина применом одговарајућег предоптерећења  $F_0$ , које доводи до продирања утискивача на дубину  $h_1$ .

- **Друга фаза** у којој се утискивач утискује на дубину  $h_2$ . Тада настају еластичне  $h_e$  и пластичне  $h_p$  деформације, услед дејства главног оптерећења  $F_1$ , (додатог на предоптерећење  $F_0$ ).

- **Трећа фаза** је растерећење, тј. отклањање главног оптерећења  $F_1$  и еластичних деформација у узорку насталих у другој фази.



Слика 12.17. Шематски приказ мерења тврдоће по Роквелу (пример HRC).

У овом случају дубина продирања утискивача  $h_3$  је мања од дубине утискивања  $h_2$  за вредност еластичних деформација  $h_e$  (јер остаје да делује предоптерећење  $F_0$ ). Дубина отиска је дата изразом:

$$e = \frac{h_3 - h_1}{0.002} = 500 \cdot (h_3 - h_1) \quad (12.6)$$

где је:  $h_1, h_3$  [mm]-дубина утискивања, 0.002 [mm]-једна Роквелова јединица.

Тврдоћа по Роквеловој методи одређена је помоћу израза:

- **За Роквел В скалу**, где је утискивач челична куглица, најчешће пречника:  $D = 1/16$ " (користи се за мерење тврдоће меких челика):

$$HRB = 130 - e = 130 - \frac{h_3 - h_1}{0.002} \quad (12.7)$$

- **За Роквел С скалу**, где је утискивач дијамантска купа, са углом врха  $\alpha = 120^\circ$  и врхом заобљења  $r = 0.2$  mm (користи се за мерење тврдоће код тврдих и термички обрађених челика):

$$HRC = 100 - e = 100 - \frac{h_3 - h_1}{0.002} \quad (12.8)$$

Пример означавања тврдоће по Роквел методи: **45 HRC**, где је 45-вредност тврдоће, а **HRC** је ознака тврдоће Роквел С.

За мерење тврдоће легура лаких метала (месинг), када треба радити са мањим оптерећењима, користи се **Роквел F** скала са употребом куглице пречника 1/16 инча и са укупним оптерећењем од 60kg. Код изузетно тврдих материјала (нпр. волфрам W) примењује се **Роквел A** скала која се употребљава такође и за врло танке лимове. При избору скале треба се увек руководити применом што мањег утискивача да би се сачувала што већа осетљивост поступка.

Уређај за испитивање тврдоће по Роквелу је конструисан тако да се на њему може мерити тврдоћа по обе Роквел методе (слика 12.16.б) једноставном заменом утискивача. Уместо оптичког инструмента садржи уређај са две скале, где једна скала служи за директно читавање тврдоће по Роквел С методи, а друга за директно читавање по Роквел В методи. Код уређаја за испитивање тврдоће по Роквелу преко система полука се оптерећује утискивач, а хидрауличном кочницом се регулише брзина оптерећивања. На екрану се читава геометријска вредност удубљења. Ови уређаји сматрају се статичким због лаганог пораста оптерећења, па су и поступци испитивања статички.

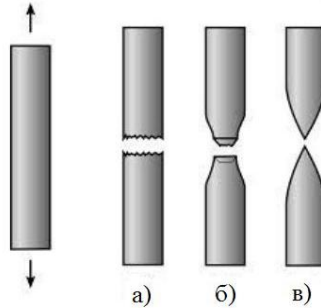
Осим претходно поменутих метода мерења тврдоће користе се још и Полдијева метода, метода мерења тврдоће по Шору, склерометар или Шмитов чекић, испитивање микротврдоће по Кнупу, испитивање микротврдоће по Гроздинском итд.

### 12.4.3. Испитивање жилавости материјала

Жилавост (ударна жилавост) је особина која показује колика је отпорност материјала на ударац. Ова особина је важна за делове који су оптерећени на променљива и ударна оптерећења. Количина механичке енергије утрошена за разарање ударом је мера ударне жилавости. Жилавост је особина материјала, да може поднети разарање тек после веће пластичне деформације. Долази до изражаја када је материјал изложен наглост и учесталом дејству спољашње силе и посебно је важна код конструкционих материјала. Материјали са већом жилавошћу показују већу отпорност према разарању (лому) у случају динамичких оптерећења.

Материјал се може ломити крто или жилаво, што зависи од низа фактора: карактера напонског стања, брзине нашошења оптерећења, температуре испитивања, утицаја околне средине и др.

- Под **кртим ломом** подразумева се лом без присутних пластичних деформација (слика 12.18.а).
- Под **жилавим ломом** подразумева се лом са присутним већим пластичним деформацијама (слика 12.18.б) и в).



Слика 12.18. а) Крти лом, б) жилави лом, в) потпуно жилави лом.

Значајан напредак у проучавању проблема кртог лома представља одређивање критичног коефицијента интензитета напона, познатог у пракси као жилавост лома.

**Жилавост лома** представља меру отпора неког материјала према развијању крте прскотине у условима раванске деформације. Одређује се на епруветама (слика 12.19.а) са иницијалном, тзв. "заморном" прслином, које се испитују затезањем или савијањем на универзалним машинама за испитивање материјала.



а)



б)

Слика 12.19. а) Епрувете за Шарпијево клатно, б) Шарпијево клатно.

Испитивање жилавости материјала, као и испитивање ударне жилавости најчешће се врши на Шарпијевом уређају (слика 12.19.б) ударним радом лома на епруветама квадратаног пресека уреза облика **U** или **V**.

## 12.5. МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА МАТЕРИЈАЛА БЕЗ РАЗАРАЊА

У методе испитивања материјала без разарања спадају: визуелне, односно оптичке методе, радиографске методе, ултразвучне методе, електро и магнетне методе, пенетрантске, капиларне методе, методе акустичке емисије, и друге методе, као и њихове комбинације.

Избор методе за недеструктивну анализу зависи од врсте материјала, врсте, положаја, и величине испитиваних дефеката, приступачности месту за анализу, квалитета захтеваног испитивања и економичности поступка. Предности ових метода су: испитивање без демонтаже система уз малу претходну припрему, једноставна обука руковоаоца, релативно ниска цена и преносни карактер уређаја. Најчешћи недостаци метода за недеструктивну анализу су: индиректно закључивање, сложена интерпретација резултата и велика улога људског фактора.

### 12.5.1. Визуелне методе

Визуелна контрола или оптичко испитивање је метода контроле без разарања, која се користи за откривање низа површинских грешака, као што су: корозија, контаминација, завршна обрада површине, као и површинске грешке спојева (заварених спојева, заптивки, лепљивих трака и слично). Може се изводити са или без помоћних уређаја и опреме. Осим испитивања голим оком, користе се флексибилни или крути борескопи за заклоњене или неприступачне површине, сензори слике за фотографисање или снимање видео записа, системи за повећање слике, обојени или флуоресцентни пенетранти за истицање површинских грешака.

Пре било које друге методе контроле неког својства материјала (без или са разарањем), примењује се визуелна контрола. Релативно је јефтина, не одузима пуно времена, а може дати врло корисне информације како о квалитету заварених спојева, тако и о потреби контроле неком другом методом. Уређаји за визуелну контролу су: борескоп, борескоп с извором светла, мерни борескопи, флексибилни фиберскоп, видеоскоп, оптички микроскоп, профилни пројектор.

**Борескоп** (енг. borescope) је оптички уређај који се састоји од круте (слика 12.20.а) или флексибилне цеви (слика 12.20.б) са окуларом на једном и објективом на другом крају. Обично је опремљен оптичким влакнима за осветљење. Користи се за визуелно испитивање неприступачних подручја. Оптичка веза објектива и окулара може бити: крута цев са низом релејних сочива, флексибилна или крута цев са снопом оптичких влакана или флексибилна цев са каблом који преноси сигнал са

CCD (енг. charge-coupled device) сензора на врху цеви. Дуги бороскопи с крутом цеви захтевају додатне ослоње.



Слика 12.20. а) Крути бороскоп, б) флексибилни бороскоп, в) флексибилни ендоскоп.

Бороскопи се користе за испитивање цевовода на цурење, унутрашњости зидова, складишта и других неосветљених простора. Поједини уређаји (нпр. турбине) имају посебне отворе за бороскопе.

**Бороскоп са извором светла** најчешће користи обично бело светло за осветљавање. У комбинацији са флуоресцентним пенетрантима, користе се бороскопи са ултраљубичастим светлом. Обично се за осветљавање користе ЛЕД диоде.

**Мерни бороскоп** садржи покретни курсор који омогућава мерење у оптичкој равни објекта. Интензитет светла зависи од пречника влакна за осветљење; већи пречник значи бољу осветљеност. Топлота извора светлости може одредити објекте од пластике. Фактор увећања и видно поље су обрнуто пропорционални и зависе од удаљености између објектива и објекта који се мери.

**Флексибилни фиберскоп** се састоји од влакна за осветљење, влакна за слику, сочива објектива, променљивих глава и даљинских команди за управљање фиберскопом. Пречници су (1.4–13) mm, а дужина до 12 m (код специјалних кварцних фиберскопа и до 90 m).

**Видеоскоп** уместо окулару има CCD сензор (енг. charge-coupled device), који слику преноси на видео монитор (слика 12.20.в). CCD слику претвара у пикселе, односно у електрични напон који се каблима преноси до уређаја за регистровање. Предности су: већа резолуцију од фиберскопа, већа дужина и могућност аутоматизације.

**Оптички микроскоп** се поред употребе код металографског испитивања микроструктуре, користи код визуелне контроле са увећањем од 5-500 пута, за референтно мерење геометрије. Алатни микроскоп има увећања 10-200 пута.

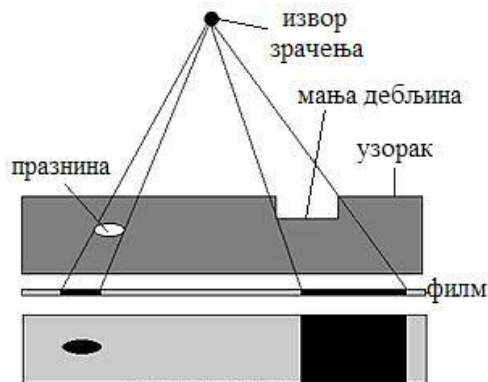
**Профилни пројектор** је мерни инструмент који служи за проверу тачности малих и сложених облика производа, на пример у алатничарству. Профилни пројектор пројектује увећану слику производа на пројекциону површину и упоређује са увећаним цртежом на транспарентном папиру. Увећање износи 10-100 пута.

### 12.5.2. Радиографске методе

Радиографске методе се заснивају на коришћењу рендгенског (радиографија) или гама зрачења (гамаграфија), која су у основи електромагнетна зрачења. За разлику од рендгенског зрачења које настаје при наглом кочењу убрзаног снопа електрона на антикатоде у рендгенском цеви, гама зрачење настаје приликом спонтаног распада нестабилних атомских језгара (природних радиоактивних материјала и радиоактивних изотопа).

**Радиографија** се обично користи за испитивање заварених спојева, порозности и укључака у материјалу, а ретко се користи за откривање грешака типа пукотина јер је могуће открити само пукотине које леже нормално на правац зрачења. Испитивани узорак поставља се између рендгенске цеви и флуоресцентног екрана или филма. Метода у којој се користи флуоресцентни екран назива се метода визуелног прозиравања, а ако се користи филмска емулзија онда је то фотографска метода, која се најчешће користи у индустријским испитивањима.

Фотографска метода је заснована на добијању слике прозраченог узорка у облику филма или фотографије. Свака нехомогеност у материјалу уочава се на филму као различито зацрњење (слика 12.21.). Квалитет снимка зависи од интензитета рендгенског зрачења, интензитета секундарног зрачења, као и од накнадне обраде филма.



Слика 12.21. Шематски приказ фотографске методе.

Битан недостатак ове методе су штетне последице које рендгенско зрачење може да проузрокује по људе и остали живи свет, тако да је неопходно спровођење мера заштите на раду са изворима јонизујућег зрачења.

**Гамаграфија** је почела да се користи још 1928. године када је коришћен искључиво природни изотоп радијума. Ова метода, међутим, у почетку није нашла широку примену у индустрији због високе цене радиоактивног изотопа радијума. Тек од 1960. године гамаграфија има ширу примену захваљујући производњи вештачких радиоактивних изотопа.

Услед малих таласних дужина, радиоактивно гама зрачење има особину да продире кроз све материјале. Материјали са малом атомском масом добро пропуштају гама зрачење, док га материјали са великом атомском масом у великој мери апсорбују. Зацрњење негатива радиограма зависи од односа интензитета зрачења после проласка гама зрака кроз материјал, односно од њихове апсорције у материјалу. Свака нехомогеност у материјалу појављује се на снимку са различитим степеном зацрњења. При избору гама извора треба водити рачуна о врсти и дебљини испитиваног узорка, времену полураспада радио изотопа и димензијама радиоактивних извора.

Основне предности гамаграфије су: уређаји за испитивање су лакши и мање осетљиви на начин руковања, рад са изотопима није везан за извор електричне енергије и мерне инструменте, димензије гама-радиоактивног извора су врло мале, тако да могу прозрачивати врло уске узорке, гама зрачењем је могуће прозрачивати машинске делове и конструкције веће дебљине него са рендгенским зрачењем.

Недостаци гамаграфије у односу на рендгенско прозрачивање су: контрасти на гама-радиограму су слабији, прозрачивање код радиоактивних изотопа прилично је дуго, тако да оператер мора бити дуже изложен јонизујућем зрачењу, радиоактивни изотоп представља сталну опасност за околину, треба имати неколико извора гама зрака да би се за дату примену изабрао изотоп најпогодније енергије гама зрачења.

### 12.5.3. Ултразвучне методе

Први пут је анализирана употреба ултразвучних таласа у детекцији металних објеката, 1929. године (Соколов), а већ је 1931. године (Mulhauser) патентиран уређај за детектовање несавршености у чврстим телима применом ултразвука. Ултразвучне методе су превасходно биле развијене за испитивање метала, али је данас њихова примена проширена и на друге инжењерске материјале, нпр. композите, а саме методе су

усавршене и конструисани су савремени системи за скенирање, високе резолуције.

Ултразвучне методе се, осим за детектовање и одређивање величине дефеката, све више користе за одређивање основних микроструктурних карактеристика, као што су: величина зрна, порозност, текстура, као и особина материјала у вези са чврстоћом, пузањем, замором материјала итд.

Ултразвучне методе засноване су на простирању ултразвука кроз хомогене материјале и особини ултразвука да се одбија на граници материјала различитих акустичких особина. Наиме, од извора ултразвука шире се ултразвучни таласи кроз испитивани материјал и уколико у материјалу постоји дефект, иза њега ће доћи до слабљења или потпуног губитка ултразвучног таласа у зависности од врсте дефекта у материјалу. Основне методе ултразвучне контроле су: метода прозвучавања, метода одјека и метода резонанце.

**Метода прозвучавања** заснована је на апсорпцији ултразвука у дефектима у унутрашњости материјала. Помоћу ултразвучног претварача ултразвучни таласи се усмеравају у испитивани узорак, а на другој страни узорка, другим ултразвучним претварачем се мери енергија таласа. Уколико је узорак хомоген, без дефеката, сигнал на пријемнику ће бити једнак улазном сигналу. Међутим, уколико се узорак састоји од два различита материјала, онда се део ултразвучног таласа одбија на граници ових материјала и пријемник региструје слабији сигнал од улазног сигнала. Ова метода се користи за детектовање само крупних грешака, а посебно је погодна за откривање слојевитих дефеката у танким узорцима, дебљине до 50 mm .

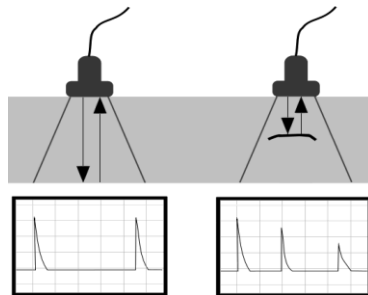
**Метода одјека** је заснована на појави одбијања ултразвука од дефеката у испитиваном материјалу. Уместо пропуштеног дела ултразвучног таласа, мери се рефлектовани део, тако да један ултразвучни претварач служи као генератор и уједно као пријемник ултразвучних таласа. Ова метода се користи за детектовање разних врста дефеката у материјалу као што су: положај и величина разних нехомогености, подручја која нису добро топлотно обрађена итд.

Метода одјека је осетљивија у односу на методу прозвучавања. Њена основна предност је откривање тачног положаја дефеката у материјалу мерењем времена које пређе ултразвучни сигнал до и од места рефлексије. Главни недостатак методе је тзв. мртва зона, јер није могуће открити дефекте у близини ултразвучног претварача због променљиве јачине ултразвучног сигнала на месту улаза у материјал.



**Метода резонанције** је заснована на појави стојећих таласа који настају интерференцијом упадних ултразвучних таласа и таласа који се одбијају од задње површине узорка и враћају у пријемни претварач. Уколико је дебљина испитиваног материјала једнака целом броју половине таласне дужине, формира се стојећи талас, односно постиже се резонанција. Ова метода се примењује за мерење дебљине испитиваног узорка.

Уређаји за ултразвучна испитивања називају се често ултразвучни **дефектоскопи**. Основни делови уређаја су: електронски генератор сигнала који емитује кратке електричне импулсе, сонда која емитује снап ултразвучних таласа, појачало/демодулатор, сонда за прихватање одбијених ултразвучних таласа, временска база која на основу времена проласка импулса кроз испитивани материјал одређује дубину дефекта у материјалу, синхронизатор који регулише време слања импулса и дисплеј који региструје одјек. На слици 12.22. је дат шематски приказ ултразвучног дефектоскопа који ради на принципу методе одјека.



Слика 12.22. Шематски приказ ултразвучног дефектоскопа.

Упадни ултразвучни талас се простире кроз материјал, долази до другог краја и рефлектује се назад. После сваког генерисаног импулса блокира се генератор импулса у одређеном временском интервалу, до следећег импулса како би уређај радио у моду за детектовање рефлектованих таласа. На екрану се поред почетног импулса, региструје још један импулс који је рефлектован од краја испитиваног узорка. Уколико у испитиваном узорку постоји дефект, онда се један мањи део ултразвучног импулса рефлектује од дефекта, и на екрану се региструје још један слабији импулс између почетног и крајњег импулса. На основу величине и положаја овог импулса може се одредити величина и положај дефекта у испитиваном узорку.

Ултразвучни дефектоскопи се карактеришу одређеном осетљивошћу и резолуцијом. Осетљивост је способност одређивања положаја малих дисконтинуитета, док је резолуција способност уређаја да детектује дисконтинуитете који су међусобно блиски или који се налазе у близини

површине материјала. Како се и осетљивост и резолуција повећавају са порастом фреквенције, избор фреквенције је веома важан код ових уређаја.

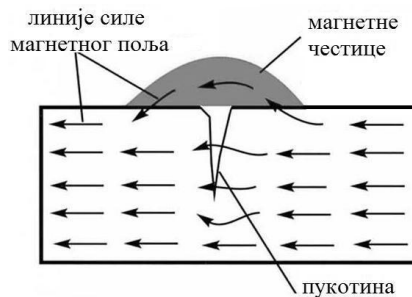
Предности ултразвучних метода су: безопасно спровођење контроле, добра снага продирања у дубину материјала (неколико метара), неограничен интервал дебљина испитиваног предмета, висока осетљивост на мале дефекте, велика прецизност у откривању положаја, величине, оријентације и облика дефеката, електронска обрада сигнала, могућност скенирања по запремини, лака преносивост, релативна неосетљивост на радне услове, као што су температура и влага итд.

Ултразвучне методе се карактеришу и одређеним недостацима, као што су: потребно велико искуство у раду и техничко знање за развој процедура испитивања (сертификат за рад), тешкоће приликом испитивања танких делова, неправилних облика, храпавих површина, тешкоће приликом откривања дефеката који су непосредно испод површине итд.

#### 12.5.4. Магнетне методе

Магнетна метода испитивања материјала (Magnetic Particle Inspection-MPI или Magnetic Testing-MT) користи се за откривање грешака на површини и непосредно испод површине (приближно до дубине 6mm) код феромагнетних материјала, као што су: гвожђе, никал, кобалт, угљенични и нисколегирани челици итд.

Заснована је на принципу магнетне индукције. Око проводника кроз који пролази електрична струја ствара се магнетно поље (једносмерне или наизменичне струје), чије линије сила пролазе кроз феромагнетни материјал који се испитује. Да би се открила пукотина потребно је да смер линија сила магнетног поља буде што више нормалан на пукотину. Магнетне честице (суве ситне честице или честице помешане са водом) се посипају по површини испитиваног материјала, и уколико постоји пукотина нормално на смер проласка линија сила магнетног поља, ситне честице ће се окупити око ње (слика 12.23.).

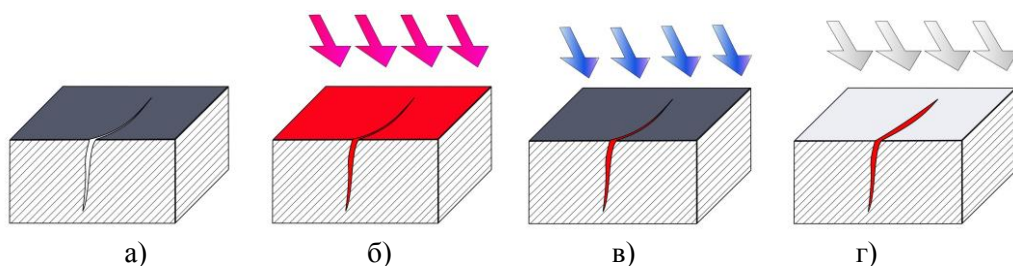


Слика 12.23. Шематски приказ магнетне методе.

Предности ове методе су: ниска цена, брзо откривање грешака, добро детектовање малих и плитких површинских пукотина и грешака испод површине на малој дубини, нема ограничења везаних за облик или величину испитиваних објеката. Основни недостаци су: немогућност примене код неферомагнетних материјала, као и немогућност откривања грешака дубоко испод површине и одређивања дубине на којој се налази пукотина, магнетно поље мора бити у смеру који сече раван грешке, често је потребна накнадна демагнетизација, а код великих објеката потребне су јаке струје.

### 12.5.5. Пенетрантске методе

Пенетрантска метода (Penetrant Testing-PT) се најчешће користи код контроле заварених спојева на конструкцијама. Најпре се врши чишћење и одмашћивање површине материјала који се испитује (слика 12.24.а), а затим се наноси пенетрант, обично црвене боје (слика 12.24.б). Након продирања у пукотину (време продирања у пукотине зависи од врсте пенетранта и димензија пукотине, али се приближно узима 10 до 15 минута), пенетрант се одстрањује на одговарајући начин, водом или сувом крпом (слика 12.24.в). Уколико се пенетрант одстрањује водом, пажљиво треба усмерити млаз воде паралелно са површином, како вода не би истиснула пенетрант из пукотине. Након сушења површине лима, наноси се развијач, обично беле боје, који извлачи пенетрант из пукотине, па је на белој површини лима лако уочљива црвена линија од пенетранта из пукотине (слика 12.24.г).



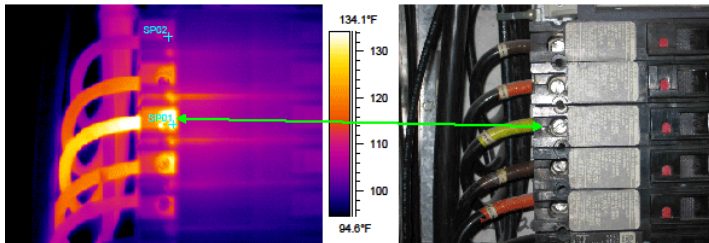
Слика 12.24. Шематски приказ пенетрантске методе.

Код тањих лимова на једну се страну наноси пенетрант, а на другу развијач. Уколико постоји пукотина кроз целу дебљину лима, тада ће развијач извући пенетрант на своју страну, што ће се открити као лако уочљива црвена линија од пенетранта из пукотине на белој (од развијача) површини лима.

### 12.5.6. Термографске методе

Инфрацрвена термографија, термално снимање, термографско снимање, или термални видео, је тип инфрацрвеног снимања. Термографске камере опајају зрачење у инфрацрвеној области електромагнетног спектра (900–14000) nm и стварају снимке тог зрачења које називамо термовизијском сликом или термограмима.

Термографска метода има веома широку примену. Употребљавају је ватрогасци како би видели кроз дим, пронашли људе, и локализовали извор ватре. Техничари који одржавају далеководе могу уз помоћ термалног снимања видети прегрејане спојеве и делове и њиховом поправком избећи опасности (слика 12.25.).



Слика 12.25. Термографски снимак (лево) прегрејаног (десно).

На местима где је лоша топлотна изолација, грађевинари могу детектовати термалне отиске који упућују на губитке топлоте, а термографијом се користе и у сврху побољшања ефикасности расхладне или топлотне климатизације. Термографске камере могу бити уграђене и у разне типове возила. Поједине физиолошке активности код људи и осталих топлокрвних животиња, такође могу бити праћене термографским камерама.

### 12.5.7. Остале методе

**Метода акустичне емисије** заснована је на појави да када се чврсти материјал изложи напрезању, несавршености унутар материјала емитују кратке импULSE акустичне енергије. Као и код ултразвучног испитивања, и те емисије се могу открити специјалним пријемницима и употребити за откривање извора енергије и локацију извора.

**Контрола непропустљивости** се углавном врши код посуда под притиском. У зависности од захтеваног квалитета и примењених прописа остварује се довођењем ваздуха или воде на одређену вредност притиска, или помоћу вакуумске коморе.