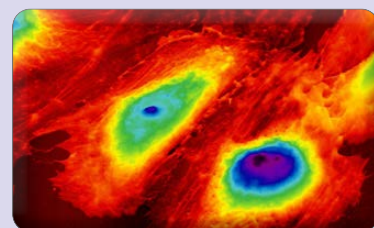


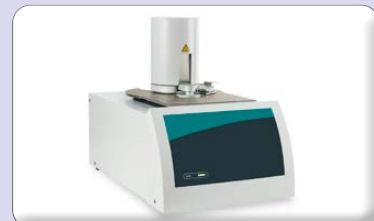
# دانش آزمایشگاهی ایران

سال سیزدهم ■ شماره ۱ ■ بهار ۱۴۰۴ ■ شماره پیاپی ۴۹

ISSN 2538-3450



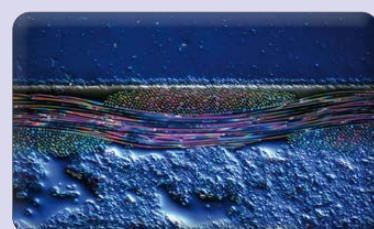
کاربرد میکروسکوپ نیروی اتمی در تحقیقات زیستی؛ با مروری بر کاربرد آن در دندانپزشکی محافظه کارانه و اندودنتیکس



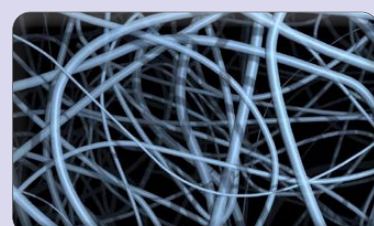
گرماسنجی روبشی تفاضلی - تجزیه گرمایی روش‌هایی برای تشخیص‌یابی بسیار



چگونه انتخاب کنید، کیفیت تصاویر TEM را تعیین می‌کند؟



روش‌های استفاده از رنگ و معرف‌های رنگی در آماده‌سازی نمونه‌های متالوگرافی



تهیه ابرجاذب پلیمری پلی‌اکریلیک اسید/ پلی‌وینیل الکل به روش الکتروریسی بدون نازل و بررسی عوامل موثر دستگاهی بر مورفولوژی آن

کاربردهای میکروسکوپ  
الکترونی عبوری به همراه  
هوش مصنوعی در حوزه‌های  
علمی و صنعتی مختلف

اعتبار ویژه حمایتی شبکه آزمایشگاهی برای شرکت‌های دانش‌بنیان نوپا

پیگیری توسعه شبکه‌سازی آزمایشگاه‌ها در برنامه‌های جمعی

## نویسندگان

بهروز پارنج<sup>۱\*</sup>

۱. کارشناس آزمایشگاه تهیه نمونه و متالوگرافی دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات

\*Behrooz.paranj@iau.ir

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۳/۰۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۳/۲۰

## واژه‌های کلیدی

آندایزینگ، نور پلاریزه، زمینه تاریک، معرف‌های اچ رنگی.

## روش‌های استفاده از رنگ و معرف‌های رنگی در آماده‌سازی نمونه‌های متالوگرافی

## چکیده

این مطالعه، به بررسی کاربرد معرف‌های اچ رنگی در متالوگرافی سیستم‌های آلیاژی فلزی مختلف می‌پردازد و تأثیر آن‌ها را در بهبود کنتراست و تفکیک ریزساختاری دانه‌ها تحلیل می‌کند. این معرف‌ها با حساسیت بالا نسبت به جهت‌گیری بلورشناسی و تغییرات ترکیب شیمیایی، امکان آشکارسازی دقیق‌تر ویژگی‌های ریزساختاری را فراهم می‌کنند. همچنین، پس از اعمال فرآیند اچ رنگی و تشکیل لایه سطحی تداخلی، انجام طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس و طیف‌سنجی پراش طول‌موج پرتو ایکس روی نمونه‌ها بدون ایجاد تداخل در آنالیزهای شیمیایی امکان‌پذیر است.

## مقدمه

استفاده از رنگ در تصاویر، سابقه‌ای طولانی دارد و به انتشار نخستین تصاویر رنگی در حدود هشتاد سال پیش بازمی‌گردد. با این حال، به دلیل هزینه بالای فیلم‌های رنگی و همچنین مخارج بالای چاپ و تکثیر این تصاویر در نشریات، کاربرد آن‌ها تا مدت‌ها محدود باقی‌مانده بود. امروزه با پیشرفت فناوری تصویربرداری دیجیتال، ثبت تصاویر رنگی به مراتب ساده‌تر و مقرون به صرفه‌تر از گذشته شده است. همچنین، در گزارش‌هایی که به صورت دیجیتالی تهیه و توزیع می‌شوند، استفاده از تصاویر رنگی هزینه چندانی ندارد و به راحتی قابل انتشار است. با این وجود، چاپ تصاویر رنگی در نسخه‌های چاپی مجلات همچنان پرهزینه است. در زمینه درک بصری نیز، باید توجه داشت که چشم انسان تنها قادر به تشخیص حدود چهار طیف مختلف از خاکستری بین سفید تا سیاه است؛ در حالی که در استفاده از رنگ‌ها، چنین محدودیتی وجود ندارد و امکان انتقال اطلاعات بصری به مراتب گسترده‌تر و دقیق‌تر فراهم می‌شود. معرف‌های اچ رنگی در متالوگرافی، قادر به برجسته‌سازی ویژگی‌هایی از ریزساختار هستند که در بیشتر مواقع با اچ<sup>۱</sup> کننده‌های سیاه و سفید استاندارد قابل مشاهده نیستند. این معرف‌ها نسبت به جهت‌گیری بلورشناسی حساس‌اند و می‌توانند دانه‌هایی با بافت کریستالوگرافی تصادفی<sup>۲</sup> یا ترجیحی<sup>۳</sup> را به وضوح نشان دهند. علاوه بر این، معرف‌های رنگی به تغییرات جزئی در ترکیب شیمیایی و شرایط آماده‌سازی سطح نمونه نیز بسیار حساس‌اند، که این ویژگی آن‌ها را به ابزاری ارزشمند برای تحلیل دقیق‌تر ریزساختار تبدیل می‌کند.

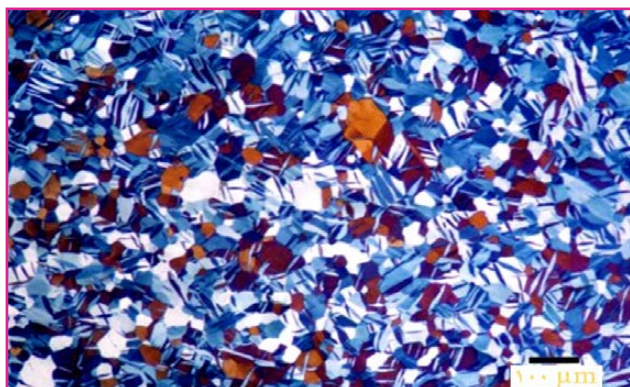
روش‌های اچ رنگی نیز به‌طور گسترده در متالوگرافی مورد استفاده قرار می‌گیرند. با وجود اینکه محلول‌های اچ رنگی تنها برای تعداد محدودی از فلزات و آلیاژها توسعه یافته‌اند، ولی همیشه استفاده از آنها آسان نیست و مستلزم کنترل دقیق شرایط فرآیند است. این محلول‌ها را می‌توان به دو روش اصلی به کار برد: روش غوطه‌وری<sup>۴</sup> و روش اچ الکترولیتی<sup>۵</sup>، که انتخاب هر یک به نوع ماده و هدف بررسی بستگی دارد. این محلول‌ها قادرند اجزای آندی (زمینه) یا کاتدی را رنگ‌آمیزی کنند. علاوه بر آن، محلول‌های الکترولیتی دیگری نیز وجود دارند که با عنوان محلول‌های آندایز<sup>۶</sup> شناخته می‌شوند؛ این دسته از محلول‌ها بیشتر برای بررسی آلومینیوم و آلیاژهای آن مورد استفاده قرار می‌گیرند و در مطالعات ریزساختاری و تعیین بافت بلوری این مواد نقش مهمی ایفا می‌کنند.

روش‌های دیگری نیز برای ایجاد لایه‌های تداخلی<sup>۷</sup> وجود دارد، از جمله رسوب‌نشانی بخار<sup>۸</sup> و رنگ کاری حرارتی. این لایه‌ها می‌توانند رنگ‌های مداخله‌ای ایجاد کنند که در بررسی ریزساختار مورد استفاده قرار می‌گیرند. رنگ‌های حاصل را می‌توان در نور زمینه روشن<sup>۹</sup> مشاهده نمود و با بهره‌گیری از نور پلاریزه<sup>۱۰</sup>، شدت و وضوح آن‌ها را افزایش داد [۱].

## ● روش‌های نوری برای تولید رنگ

فلزات با ساختارهای بلوری غیر مکعبی را می‌توان بدون اچ با استفاده از نور پلاریزه بررسی نمود اما رنگ همیشه مشاهده نمی‌شود. برای مشاهده رنگ، نمونه باید به‌طور کامل، عاری از آسیب‌های باقی‌مانده آماده شود و حتی در این صورت هم برخی از فلزات غیر مکعبی هنوز رنگ کمی از خود نشان می‌دهند. بسیاری از فلزات و آلیاژها را می‌توان با معرف‌هایی که در نور زمینه روشن روی سطح یک لایه تداخلی رنگی ایجاد می‌کنند، اچ نمود. اگر رشد چنین لایه‌ای برای ایجاد انعکاس رنگی ایده‌آل مشکل باشد، می‌توان رنگ را با بررسی زیر نور پلاریزه و شاید با کمک یک فیلتر رنگی حساس که صفحه لامبدا<sup>۱۳</sup> یا فیلتر قرمز مرتبه اول<sup>۱۴</sup> نیز نامیده می‌شود، بهبود بخشید [۱].

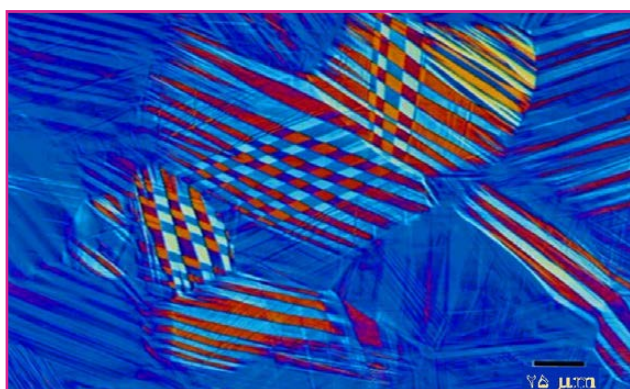
بسیاری از فلزات دارای رنگ سفید یکسانی هستند و مشاهده رنگ طبیعی در سیستم‌های فلزی، اتفاقی رایج نیست. فقط تعداد اندکی از آنها در هنگام پولیش، رنگی به غیر از سفید از خود نشان می‌دهند؛ به‌عنوان مثال، طلا و مس در هنگام پولیش زرد به نظر می‌رسند و آبکاری‌های این فلزات را می‌توان از روی رنگشان به آسانی تشخیص داد. نمونه‌هایی از رنگ زرد طبیعی در فلزات طلا و مس در زیر نور زمینه روشن مشاهده می‌شود (شکل (۱)). رنگ را می‌توان با استفاده از روش‌های نوری، مانند نور زمینه تاریک<sup>۱۱</sup> (شکل (۲))، نور پلاریزه (شکل (۳)) و نور کنتراست تداخلی تفاضلی<sup>۱۲</sup> (شکل (۴)) تولید نمود. ریزساختار



شکل (۳): ریزساختار شامل دوقلوبی‌های مکانیکی در زیرکونیم [۱].



شکل (۱): ریزساختار آلیاژ ریختگی طلا-۲۲ درصد آلومینیوم [۱].



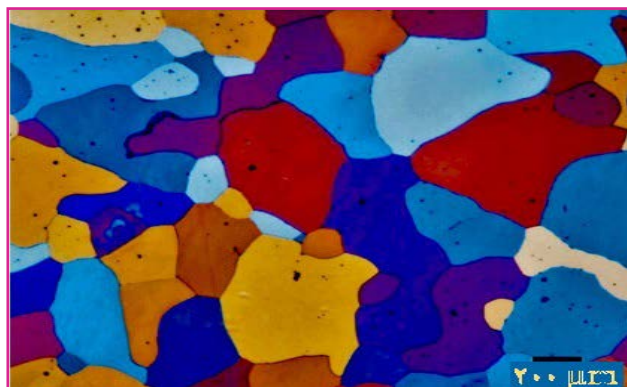
شکل (۴): ریزساختار آلیاژ حافظه‌دار با استفاده از کنتراست تداخلی تفاضلی [۱].



شکل (۲): ریزساختار اکسید مس قرمز رنگ در مس آرسنیک‌دار در زمینه تاریک [۱].

## ● آندایزینگ

برخی از معرف‌های اچ الکترولیتی وجود دارند که می‌توانند برای تولید رنگ از آنها استفاده نمود. اجزای فاز دوم را می‌توان رنگ‌آمیزی و با نور زمینه روشن مشاهده کرد. آندایزینگ نمونه‌های آلومینیومی با معرف بارکر<sup>۱۵</sup> یا محلول‌های مشابه لایه تداخلی ایجاد نمی‌کنند، زیرا در زمینه روشن به‌صورت رنگی مشاهده نمی‌شوند. این روش، باعث ایجاد حفره‌های حاصل از اچ ریز روی سطح می‌شود. ساختار دانه‌ها را می‌توان زیر نور پلاریزه به‌صورت سیاه و سفید و در صورت اضافه کردن یک صفحه حساس به رنگ، به‌صورت رنگی مشاهده نمود. شکل (۵) نمونه‌ای از آندایزینگ را برای آشکار کردن ساختار دانه‌های آلومینیوم فوق خالص نشان می‌دهد [۱ و ۲].



شکل (۵): ریزساختار آلومینیوم خالص اچ شده با معرف بارکر [۱].

## ● اچ کردن رنگی

بسیاری از فلزاتی که با معرف‌های استاندارد برای آشکارسازی مرزدانه‌ها اچ می‌شوند، در بیشتر موارد، به جای تمام مرزدانه‌ها، تنها درصد بالایی از مرزدانه‌ها را نشان می‌دهند. با این حال، اچ‌های رنگی، ساختار دانه را به‌طور کامل آشکار می‌کنند. در مورد فلزاتی با دوقلوهای بازپختی، وقتی یک محلول اچ استاندارد بخشی از مرزدانه‌ها و دوقلوه‌ها را آشکار می‌کند، به علت وجود مرزهای نوارهای دوقلویی‌ها اندازه‌گیری دانه‌ها حتی به‌صورت دستی بسیار دشوار است، زیرا تمایز بین مرزهای دانه و دوقلویی (دومی باید در اندازه‌گیری نادیده گرفته شود)، ساده نیست. با این حال، در ریزساختاری که اچ رنگی شده، جداسازی دانه از مرزهای دوقلویی،

حداقل به‌صورت دستی، به نسبت آسان است. علاوه‌بر این، لایه‌ها به‌عنوان تابعی از جهت‌گیری بلوری رشد می‌کنند. بنابراین، می‌توان هر جهت‌گیری بلورشناسی ترجیحی را با محدوده رنگی باریک موجود، تشخیص داد. اگر طیف وسیعی از رنگ‌ها در یک الگوی تصادفی وجود داشته باشد، جهت‌گیری بلوری تصادفی خواهد بود. اگر طیف باریکی از رنگ‌ها در دانه‌ها وجود داشته باشد، یک جهت‌گیری ترجیحی وجود دارد. ترکیبات محلول‌های اچ رنگی در جداول شماره (۱) تا (۵) آمده است. آماده‌سازی نمونه هنگام استفاده از روش‌های رنگی در مقایسه با روش‌های سیاه و سفید باید بهتر باشد، زیرا لایه‌های رشد یافته به‌صورت اپیتاکسیال<sup>۱۶</sup> به آسیب‌های باقیمانده ناشی از آماده‌سازی که برطرف نشده‌اند، حساس هستند. این سطح از آماده‌سازی در کار تجزیه و تحلیل تصویر مورد نیاز است و می‌تواند به راحتی توسط یک متخصص متالوگرافی آگاه با تجهیزات مناسب به‌دست آید. برای دستیابی به بهترین سطح آماده‌سازی، نیازی به پرداخت الکترولیتی نیست.

رایج‌ترین معرف‌های اچ رنگی، آن‌هایی هستند که لایه‌های تداخلی سولفیدی<sup>۱۷</sup> را بر سطح نمونه رسوب می‌دهند. این معرف‌ها به‌عنوان شناخته‌شده‌ترین اچ‌کننده‌های رنگی شناخته می‌شوند و به‌طور معمول، ساده‌ترین کاربرد را دارند [۱ و ۳]. کلم<sup>۱۸</sup> و براها<sup>۱۹</sup> پرکاربردترین معرف‌های اچ رنگی سولفیدی را با استفاده از تیوسولفات سدیم<sup>۲۰</sup> و متابی سولفیت پتاسیم<sup>۲۱</sup> توسعه دادند (جداول (۱) و (۲)).

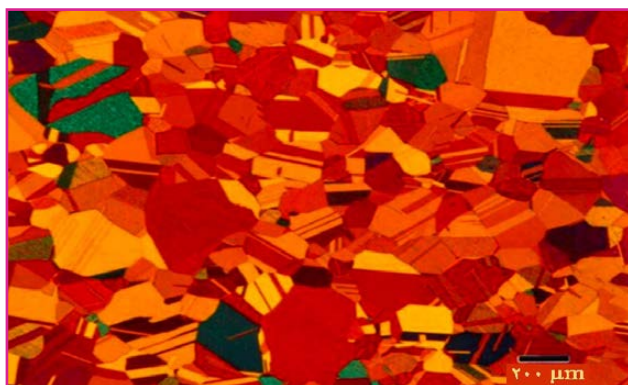
جدول (۱): معرف‌های کلم [۱].

| نام معرف | ترکیب شیمیایی(*)                                                                                                                                         | شیوه و موارد استفاده                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| کلم (۱)  | <ul style="list-style-type: none"> <li>۵۰ میلی‌لیتر از محلول اشباع شده که در ابتدا آماده شده است؛</li> <li>۱ گرم متابی سولفیت پتاسیم.</li> </ul>         | <ul style="list-style-type: none"> <li>زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۳ دقیقه؛</li> <li>فازهای فریت و مارتنزیت را در چدن، فولادهای کربنی و کم آلیاژ رنگی می‌نماید.</li> <li>جدایش فازی را مشخص می‌سازد.</li> <li>فاز بتا در برنج را رنگی می‌نماید (فاز آلفا نیز می‌تواند رنگ شود، اما بسیار آهسته‌تر)</li> <li>روی و آلیاژهای آن را مشخص می‌نماید.</li> </ul> |
| کلم (۲)  | <ul style="list-style-type: none"> <li>۵۰ میلی‌لیتر از محلول از پیش آماده شده؛</li> <li>۵ گرم متابی سولفیت پتاسیم.</li> </ul>                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۸ دقیقه؛</li> <li>فاز آلفا در برنج، قلع و فولادهای منگنزدار را رنگ می‌نماید.</li> </ul>                                                                                                                                                                                                 |
| کلم (۳)  | <ul style="list-style-type: none"> <li>۵۰ میلی‌لیتر از محلول از پیش آماده شده؛</li> <li>۴۵ میلی‌لیتر آب؛</li> <li>۲۰ گرم متابی سولفیت پتاسیم.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۸ دقیقه؛</li> <li>آلیاژهای برنزی و مونل را رنگ می‌کند.</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                       |

\*: محلول از پیش آماده شده: محلول اشباع شده از تیوسولفات سدیم در آب سرد.

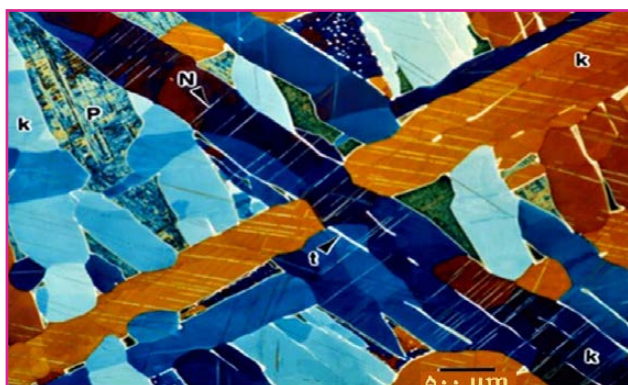
جدول (۲): معرف‌های براها بر پایه اسید کلریدریک و متابی سولفیت پتاسیم [۱].

| معرف | محلول اصلی                                                                                                                                                                                    |
|------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ۰    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۶ میلی لیتر اسید کلریدریک؛</li> <li>۹۹۴ میلی لیتر آب.</li> </ul>                                                                                       |
| ۱    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۱ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛</li> <li>۲۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛</li> <li>۱۰۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۲۴ گرم آمونیوم بیفلورید<sup>۲۲</sup>.</li> </ul> |
| ۲    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۴۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛</li> <li>۸۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۴۸ گرم آمونیوم بیفلورید.</li> </ul>                                                   |
| ۳    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۴۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛</li> <li>۶۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۵۰ گرم آمونیوم بیفلورید.</li> </ul>                                                   |
| ۴    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۵۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛</li> <li>۵۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۵۰ گرم آمونیوم بیفلورید.</li> </ul>                                                   |

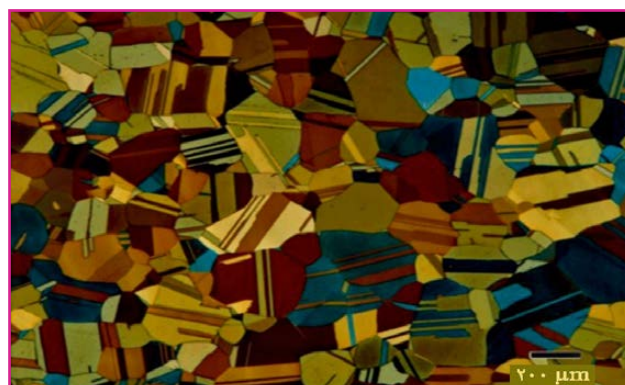


شکل (۶): ریزساختار با نور پلاریزه برنج کار تریج اچ شده با معرف کلم (۱) [۱].

معرف‌های اچ کلم شماره (۱) تا (۳) (شکل‌های (۶) و (۷)) و یکی از معرف‌های براها (شکل (۸))، هر دو بر پایه ترکیبی از تیوسولفات سدیم و متابی سولفیت پتاسیم ساخته شده‌اند. در مقابل، براها برای اچ کردن انواع آلیاژهای پایه آهن، از معرف‌هایی استفاده می‌کند که شامل غلظت‌های متفاوت اسید کلریدریک<sup>۲۶</sup> ترکیب شده با متابی سولفیت پتاسیم هستند (شکل (۹)). این تفاوت در ترکیب معرف‌ها به منظور تطبیق با خواص مختلف آلیاژها و بهینه‌سازی فرآیند اچ رنگی در متالوگرافی به کار گرفته می‌شود.



شکل (۸): ریزساختار دانه‌های اکتاهدریتی شهاب سنگ گیبون اچ شده با معرف براها [۱].

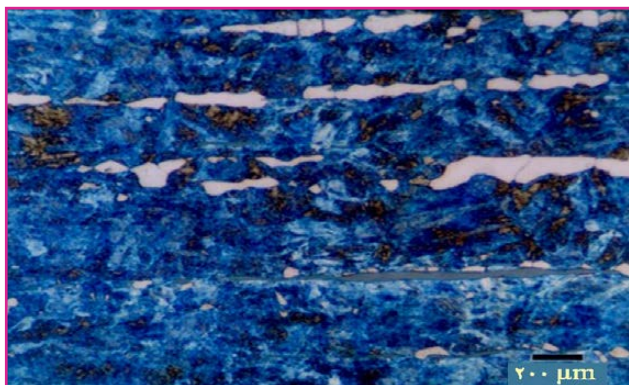


شکل (۷): ریزساختار با نور پلاریزه برنج کار تریج اچ شده با معرف کلم (۳) [۱].

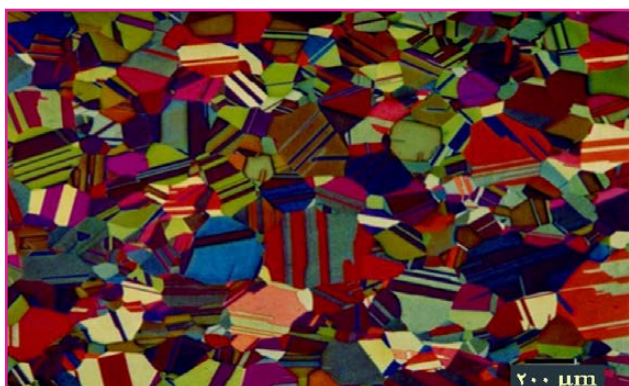
براهای همچنین معرف‌های اچی بر پایه اسید سولفامیک<sup>۲۷</sup> که یک اسید آلی ضعیف است را ایجاد نمود که با وجود نتایج خوب آنها، زیاد مورد استفاده قرار نگرفته‌اند. معرف‌های اچ اسید سولفامیکی برای چدن‌ها، فولادهای کم کربن و آلیاژی، فولادهای ابزار و فولادهای ضد زنگ مارتنزیتی استفاده می‌شوند (شکل (۱۲)). همچنین، براهای دو معرف اچ رنگی اختصاصی توسعه داد که قادرند لایه‌هایی از سولفید کادمیوم<sup>۲۸</sup> (شکل (۱۳)) و یا سولفید سرب<sup>۲۹</sup> (شکل (۱۴)) را روی سطوح فولادها و آلیاژهای پایه مس، رسوب دهند. اگرچه تهیه این دو معرف با دشواری‌هایی همراه است، اما استفاده از آن‌ها بسیار سودمند بوده و اطلاعات ریزساختاری ارزشمندی ارائه می‌دهد (جدول (۳) و (۴)) [۱].



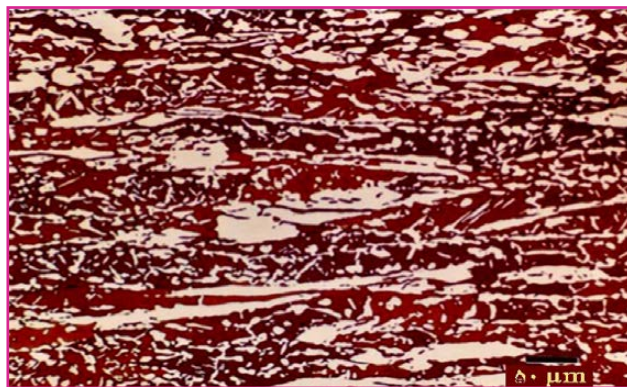
شکل (۱۲): ریزساختار نور پلاریزه فولاد آهن و نیکل با براهای اسید سولفامیکی اچ شده [۱].



شکل (۱۳): ریزساختار نور پلاریزه فولاد زنگ نزن ۴۱۶ با براهای سولفید کادمیم اچ شده [۱].

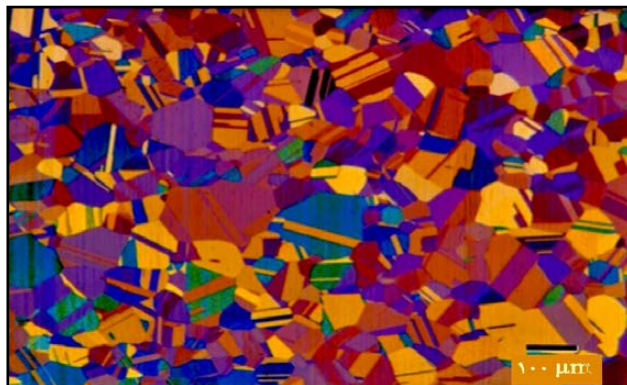


شکل (۱۴): ریزساختار برنج کارتریج اچ شده با براهای سولفید سرب دار [۱].

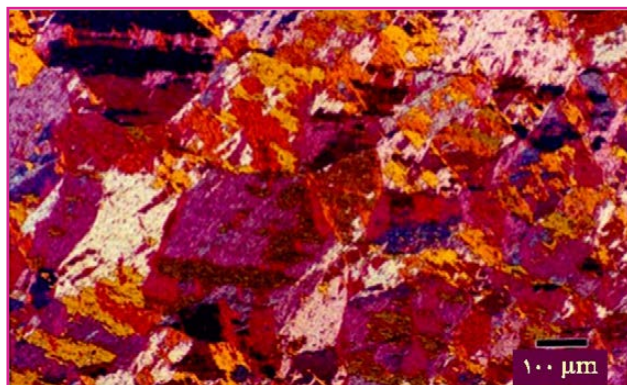


شکل (۹): ریزساختار فریت در فولاد زنگ نزن دوپلکس اچ شده با معرف براهای [۱].

این معرف‌ها را می‌توان برای رنگ‌آمیزی فریت و مارتنزیت در چدن‌ها، فولادهای کربنی و کم آلیاژ استفاده کرد. معرف‌های اچ حاوی اسید کلریدریک از نظر غلظت بسیار متفاوت هستند و می‌توانند برای رنگ‌آمیزی ساختارهای دانه‌ای فولادهای زنگ نزن (شکل (۱۰))، آلیاژهای پایه نیکل و پایه کبالت استفاده شوند. از متابی سولفید سدیم با غلظت‌های متفاوتی حدود ۱ تا ۲۰ گرم در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب، استفاده شده‌است که یک اچ رنگی ایمن، قابل اعتماد و مفید برای آهن و فولاد ایجاد می‌کند (شکل (۱۱)) [۴ تا ۸].



شکل (۱۰): ریزساختار نور پلاریزه فولاد زنگ نزن ۳۰۲ با معرف براهای (۱) [۱].



شکل (۱۱): ریزساختار نور پلاریزه فولاد استحکام بالا با متابی سولفات سدیم ۱۰ درصد [۱].

جدول (۳): معرف های اسید سولفامیکی براها [۱].

| معرف | ترکیب شیمیایی                                                                                                                                                              | توضیحات                                                                                                                                                                                                                         |
|------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ۱    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۱۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۳ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛</li> <li>۱ گرم اسید سولفامیک.</li> </ul>                                      | <ul style="list-style-type: none"> <li>برای چدن، آهن، فولادهای کربنی و آلیاژی، فولادهای منگنزدار؛</li> <li>زمان غوطه‌وری بیشینه مقدار ۴ دقیقه است. بعد از تغییر رنگ محلول به زرد (بعد از ۲ تا ۴ ساعت) دور ریخته شود.</li> </ul> |
| ۲    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۱۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۶ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛</li> <li>۲ گرم اسید سولفامیک.</li> </ul>                                      | <ul style="list-style-type: none"> <li>همانند معرف ردیف (۱) اما با سرعت بیشتر استفاده شود.</li> </ul>                                                                                                                           |
| ۳    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۱۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۳ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛</li> <li>۲ گرم اسید سولفامیک.</li> </ul>                                      | <ul style="list-style-type: none"> <li>همانند معرف ردیف (۱) اما با سرعت بیشتر استفاده شود؛</li> <li>زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار ۹۰ ثانیه.</li> </ul>                                                                            |
| ۴    | <ul style="list-style-type: none"> <li>۱۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۳ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛</li> <li>۱ گرم اسید سولفامیک؛</li> <li>۱-۰/۵ گرم آمونیوم بیفلورید.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>برای فولادهای زنگ نزن - ابزار - حاوی منگنز استفاده می‌شود؛</li> <li>زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۳ دقیقه.</li> </ul>                                                                     |

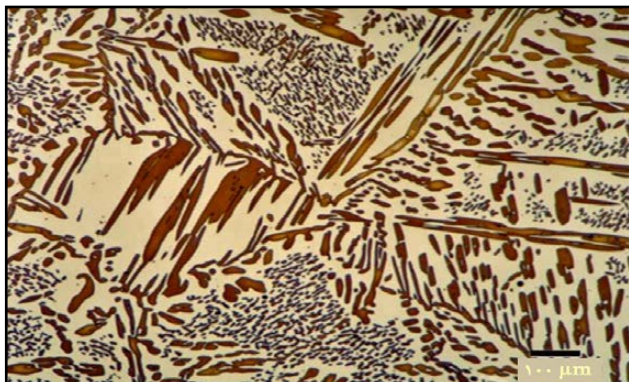
جدول (۴): معرف های سولفید کادمیوم و سولفید سرب براها [۱]

| معرف           | ترکیب شیمیایی                                                                                                                                                                      | توضیحات                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |
|----------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| سولفید کادمیوم | <ul style="list-style-type: none"> <li>۱۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۲۴۰ گرم تیوسولفات سدیم پنج آبه<sup>۳۰</sup>؛</li> <li>۳۰ گرم اسید سیتریک<sup>۳۱</sup>.</li> </ul>                | <ul style="list-style-type: none"> <li>برای آهن، فولاد و فولادهای زنگ نزن مارتنزیتی و فریتی: مواد را به ترتیب نشان داده شده، حل نمایید. محلول آماده را به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد و در بطری سیاه رنگ و تاریکی قرار دهید. قبل از استفاده ۱۰۰ میلی گرم از آن را فیلتر نمایید.</li> <li>زمان غوطه‌وری: ۲۰ تا ۹۰ ثانیه.</li> </ul>                                                                                                                                                    |
|                | <ul style="list-style-type: none"> <li>۲۵-۲۰ گرم کلرید کادمیم<sup>۳۲</sup></li> <li>می‌توان از سولفات یا استات کادمیم به جای کلرید کادمیم استفاده نمود.</li> </ul>                 | <ul style="list-style-type: none"> <li>برای فولادها، بعد از ۲۰ تا ۴۰ ثانیه فریت به رنگ قرمز یا بنفش در می‌آید؛ با زمان بیشتر فریت زرد یا آبی روشن، فسفید قهوه‌ای و کاربیدها بنفش یا آبی می‌شوند؛</li> <li>برای فولادهای زنگ نزن: غوطه‌وری به مدت ۶۰ تا ۹۰ ثانیه کاربیدها را به رنگ قرمز یا آبی تیره و زمینه را به زنگ زرد در می‌آورد. رنگ فریت متغییر است. غوطه‌وری بیش از ۹۰ ثانیه، سولفیدها را قرمز متمایل به قهوه‌ای می‌کند.</li> </ul>                                                       |
| سولفید سرب     | <ul style="list-style-type: none"> <li>۱۰۰۰ میلی لیتر آب؛</li> <li>۲۴۰ گرم تیوسولفات سدیم پنج آبه؛</li> <li>۳۰ گرم اسید سیتریک؛</li> <li>۲۴ گرم استات سرب<sup>۳۳</sup>.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>برای مس و آلیاژهای مس: مطابق با ترکیب نشان داده شده مواد را حل و همانند سولفید سرب به آن زمان بدهید. محلول اصلی را فیلتر نکنید. غوطه‌وری در محلول، زمینه FCC را رنگی می‌سازد؛</li> <li>برای فولاد و چدن: اچ اولیه با نیتال. افزودن ۰/۲ گرم نیتريت سدیم به ۱۰۰ میلی گرم از محلول همراه با هم زدن زیاد. غوطه‌وری تا زمانی که سطح مطابق با حالت زیر رنگی شود؛</li> <li>فریت: بنفش تا آبی، سمنتیت: بنفش کم رنگ یا آبی، فسفید: زرد و سولفیدها: سفید</li> </ul> |

ابتدا با نیتال<sup>۳۴</sup> اچ شده تا زمینه تیره شود، سپس لایه‌های سولفیدی به صورت سفید در برابر زمینه تیره قابل مشاهده خواهند بود. علاوه بر این، براها دو معرف اچ رنگی دیگر را معرفی کرد که بر پایه استفاده از یون‌های مولیبدات<sup>۳۵</sup> در اسید نیتریک<sup>۳۶</sup> طراحی شده‌اند. این معرف‌ها قادرند سمنتیت را در فولادها به‌طور مؤثری رنگ‌آمیزی کنند (شکل (۱۵)) [۱].

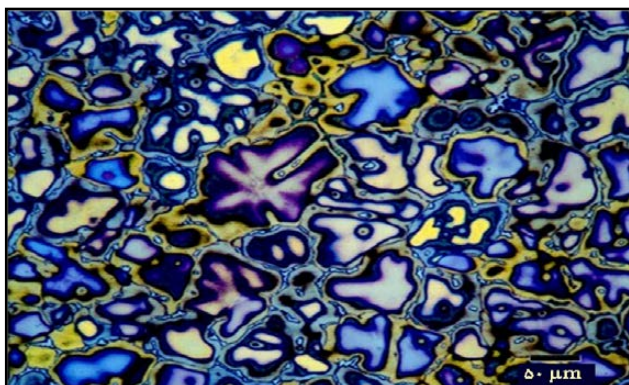
معرف سولفید کادمیم برای اچ ریزساختار فولادهای کربنی و آلیاژی، فولادهای ابزار و همچنین فولادهای زنگ نزن فریتی، مارتنزیتی و رسوب سخت‌شونده بسیار موثر است. در مقابل، معرف سولفید سرب عملکرد بسیار خوبی بر آلیاژهای پایه مس دارد و می‌تواند برای رنگ‌آمیزی فازهای سولفیدی به رنگ سفید در فولادها مورد استفاده قرار گیرد. در این روش نمونه

را در فولادهای زنگ نزن دوپلکس<sup>۴۰</sup>، به جای فریت رنگ‌آمیزی نماید (شکل (۱۸)).

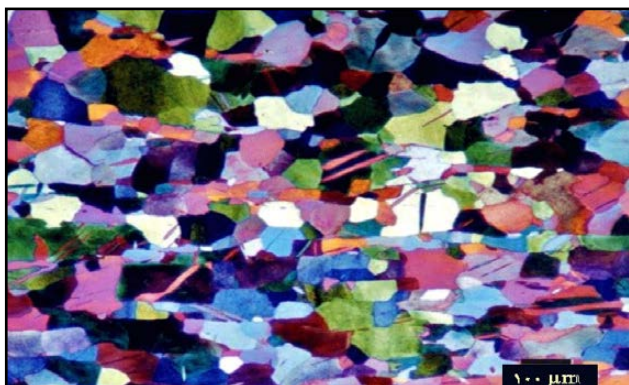


شکل (۱۸): ریزساختار آستنیت در فولاد زنگ نزن دوپلکس اچ با معرف لیختنر و بلوخ<sup>۴۱</sup> [۱].

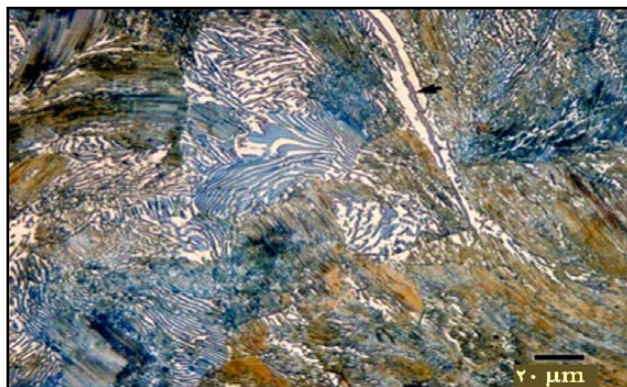
ویک<sup>۴۲</sup> هم معرف‌های اچ رنگی را توسعه داد و بسیاری از آنها را در پژوهش‌های خود به کار برد. این محلول‌ها در چند مورد برای رنگ‌آمیزی آلیاژهای آلومینیوم (شکل (۱۹)) و یا تیتانیوم (شکل (۲۰)) به کار رفته‌اند. در هر دو مورد، ایجاد رنگ خوب در ساختار آلیاژهای ریخته‌گری شده آسان‌تر از آلیاژهای کار شده‌است.



شکل (۱۹): ریزساختار آلومینیم ریختگی ۲۰۶ اچ شده با معرف ویک [۱].

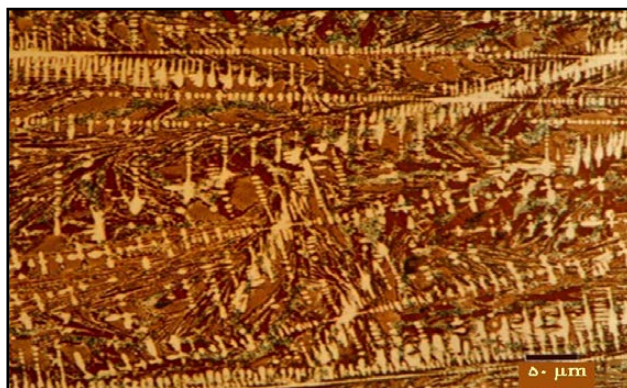


شکل (۲۰): ریزساختار تیتانیوم نوردی دارای دوقلویی اچ شده با ویک اصلاح شده [۱].

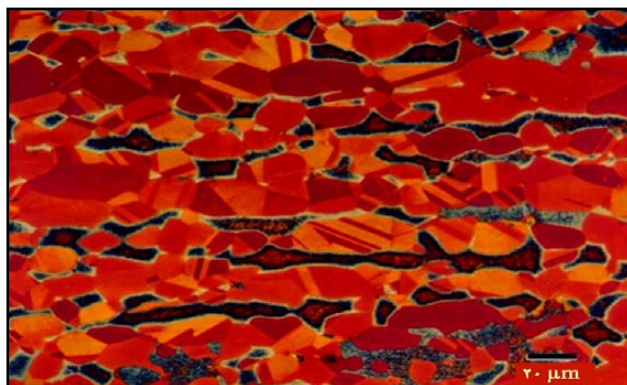


شکل (۱۵): ریزساختار فولاد ۱ درصد کربن نوردی اچ شده با براها مولیبدات سدیم [۱].

همچنین براها محلول اچ‌کننده رنگی را ایجاد نمود که عنصر سلنیوم را روی سطح فولادها (شکل (۱۶))، آلیاژهای پایه نیکل و آلیاژهای پایه مس، رسوب می‌دهد (شکل (۱۷)).



شکل (۱۶): ریزساختار چدن تحت تبریدی اچ شده با براها اسیدسلنیک [۱].



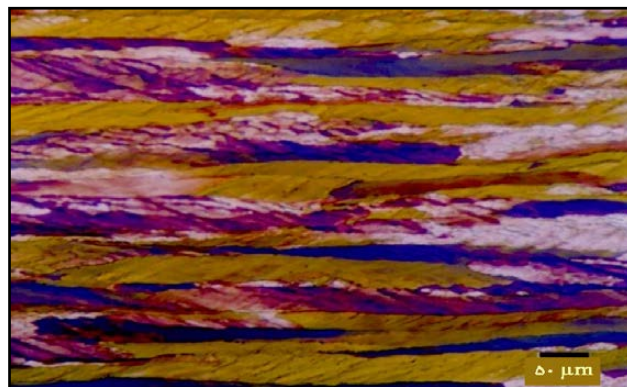
شکل (۱۷): ریزساختار برنج ۴۰ درصد روی اچ شده با براها اسیدسلنیک<sup>۳۷</sup> [۱].

برخی محلول‌های اچ‌کننده رنگی دیگری نیز وجود دارد که توسط متخصصین متالوگرافی توسعه یافته‌اند؛ به‌عنوان مثال، لیختنر<sup>۳۸</sup> و بلوخ<sup>۳۹</sup>، معرف اچ غیرمعمولی را ابداع کردند که قادر است آستنیت

### پیوست

- معرف اسید سلنیک براها برای چدن: ۱۰۰ میلی‌لیتر اتانول، ۲ میلی‌لیتر اسید کلریدریک، ۱ میلی‌لیتر اسید سلنیک.
- معرف اسید سلنیک براها برای آلیاژهای مس: ۳۰۰ میلی‌لیتر اتانول، ۲ میلی‌لیتر اسید کلریدریک، ۱-۰/۵ میلی‌لیتر اسید سلنیک.
- معرف لیختنر و بلوخ: از ۲۰ گرم آمونیوم بیفلورید و ۰/۵ گرم پتاسیم متابی‌سولفیت، حل شده در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب (از آب داغ استفاده کنید) در دمای ۲۵-۳۰ درجه سانتیگراد اچ شود.
- معرف ویک برای آلومینیوم: ۱۰۰ میلی‌لیتر آب، ۴ گرم پرمنگنات پتاسیم<sup>۴۷</sup> و ۱ گرم هیدرواکسید سدیم<sup>۴۸</sup>.
- معرف ویک اصلاح‌شده برای تیتانیوم: ۱۰۰ میلی‌لیتر آب، ۲۵ میلی‌لیتر اتانول و ۲ گرم آمونیوم بیفلورید.
- معرف رنگی ORNL برای مولیبدن: ۷۰ میلی‌لیتر آب، ۱۰ میلی‌لیتر اسید سولفوریک و ۲۰ میلی‌لیتر پراکسید هیدروژن (غلظت ۳۰ درصد). نمونه به مدت ۲-۳ دقیقه غوطه‌ور می‌شود. مالیدن محلول اچ بر سطح نمونه، یک ریزساختار اچ شده مسطح (بدون رنگ) ایجاد می‌کند.

دو محلول اچ برای رنگ‌آمیزی فاز تتا<sup>۴۳</sup> در آلیاژهای آلومینیوم-مس مفید هستند که لینارد<sup>۴۴</sup> یکی از ساده‌ترین آنها را برای استفاده ایجاد کرد. چندین محلول اچ رنگی هم برای اچ رنگی مولیبدن (شکل (۲۱)) و تنگستن ایجاد شده‌اند [۹ و ۱۰].



شکل (۲۱): ریزساختار مولیبدن خالص کار شده که با معرف ارنل<sup>۴۵</sup> اچ شده‌است [۱].

محلول اچ رنگی حاوی مولیبدات سدیم برای آشکارسازی ریزساختار فولادها مورد استفاده قرار می‌گیرد. این محلول به‌ویژه در رنگ‌آمیزی فاز سمنتیت در فولادها مؤثر است و امکان تفکیک بهتر فازها را فراهم می‌سازد (جدول (۵)) [۱].

جدول (۵): محلول مولیبدات سدیم<sup>۴۶</sup> براها [۱].

| ترکیب شیمیایی محلول اصلی                                                                                      | توضیحات                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>• ۱۰۰۰ میلی‌لیتر آب؛</li> <li>• ۱۰ گرم مولیبدات سدیم دو آبه</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ برای زرد - پرتقالی نمودن فسفید و سمنتیت (بر فریت تأثیری ندارد):</li> <li>• برای چدن: افزودن اسید نیتریک به محلول اصلی برای تنظیم میزان اسیدی (۳-۲/۵).</li> <li>• زمان غوطه‌وری: ۴۵-۶۰ ثانیه.</li> <li>• برای فولادهای کم کربن: تنظیم میزان اسیدی و افزودن ۰/۱ گرم آمونیوم بیفلورید در هر ۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول اصلی.</li> <li>• زمان غوطه‌وری: ۴۵-۶۰ ثانیه.</li> <li>• برای فولادهای متوسط و پرکربن: همانند مراحل بالا اما افزودن ۰/۳ گرم آمونیوم بیفلورید در هر ۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول اصلی.</li> <li>• زمان غوطه‌وری: ۳۰-۴۵ ثانیه.</li> </ul> |
|                                                                                                               | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ برای قرمز - بنفش نمودن کاربیدها و زرد نمودن فریت:</li> <li>• برای تمام فولادها: افزودن ۰/۵ گرم آمونیوم بیفلورید و تنظیم میزان اسیدی در حدود ۳ - ۳/۵.</li> <li>• برای فولادهای کم کربن: زمان غوطه‌وری: ۲۰ - ۳۰ ثانیه.</li> <li>• برای فولادهای متوسط و پرکربن: زمان غوطه‌وری: ۴۵ - ۹۰ ثانیه.</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                                           |

نمونه‌های ارائه‌شده در این مقاله، به‌خوبی ارزش بالایی استفاده از رنگ و معرف‌های اچ رنگی را در بررسی ریزساختار فلزات و آلیاژهای گوناگون، که هر یک دارای روش ساخت منحصر به فردی هستند، نشان می‌دهند. این مثال‌ها به‌وضوح توانایی این معرف‌ها را در آشکارسازی کامل ساختار دانه‌ای حتی در نمونه‌هایی که به سختی اچ می‌شوند، به نمایش می‌گذارند. افزون بر این، ماهیت انتخابی این معرف‌ها آن‌ها را به ابزارهایی بسیار مفید برای مطالعات کمی در متالوگرافی تبدیل کرده است.

همچنین، اچ‌کننده‌های رنگی جدایش عناصر را به وضوح نمایان می‌کنند و این امکان را فراهم می‌سازند که تحلیل‌هایی نظیر طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس یا طیف‌سنجی پراش طول‌موج پرتو ایکس، بدون ایجاد اختلال ناشی از لایه سطحی تداخلی، به‌طور مستقیم روی سطح نمونه‌های اچ‌شده انجام شود.

## پی‌نوشت

1. Etch
2. Random
3. Preferred
4. Immersion
5. Electrolytically
6. Anodizing
7. Interference films
8. Vapor deposition
9. Bright-field illumination
10. Polarized light
11. Dark field
12. Differential interference contrast illumination
13. Lambda plate
14. First-order red filter
15. Barker's reagent
16. Epitaxially
17. Sulfide
18. Klemm
19. Beraha
20. Sodium Thiosulfate ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )
21. Potassium Metabisulfite ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )
22. Ammonium bifluoride ( $\text{NH}_4\text{FHF}$ )
23. Sodium sulfide ( $\text{Na}_2\text{S}$ )
24. Iron (III) chloride hexahydrate ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
25.  $\text{CuCl}_2$
26. Hydrochloric acid ( $\text{HCl}$ )
27. Sulfamic acid
28. Cadmium Sulfide ( $\text{CaS}$ )
29. Lead Sulfide ( $\text{PbS}$ )
30. Sodium thiosulfate pentahydrate ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
31. Citric acid
32.  $\text{CdCl}_2$
33. Lead acetate
34. Nital
35. Molybdate
36. Nitric acid ( $\text{HNO}_3$ )
37. Selenic acid ( $\text{H}_2\text{SeO}_4$ )
38. Lichtenegger
39. Blösch
40. Duplex Steel
41. Lichtenegger and Blösch 1) LB1(
42. Weck
43.  $\text{AlCu}_2$
44. Lienard
45. Oak Ridge National Laboratory (ORNL)
46. Sodium molybdate dehydrate ( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
47. Potassium permanganate ( $\text{KMnO}_4$ )
48. Sodium hydroxide ( $\text{NaOH}$ )

## مراجع

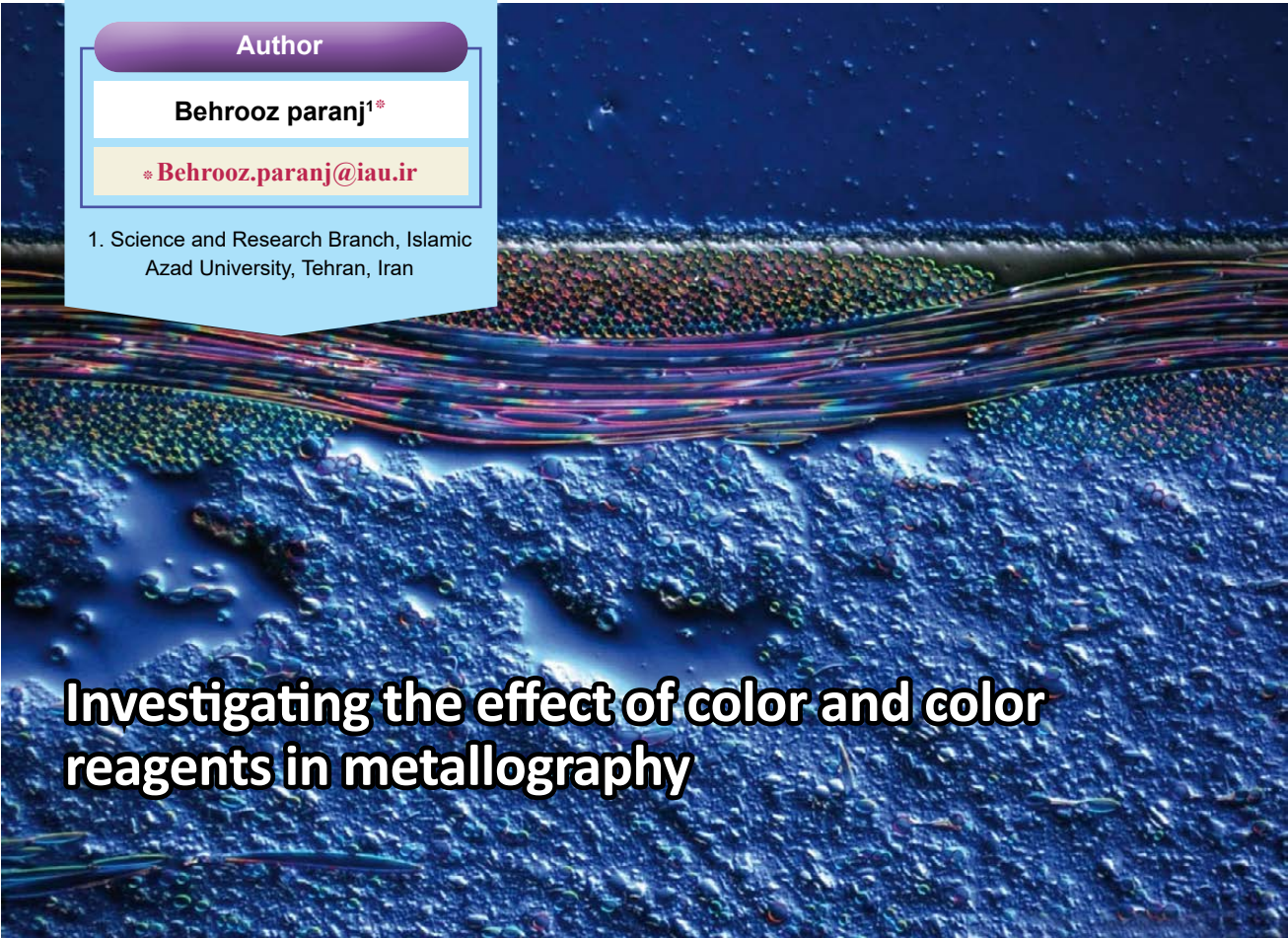
- [1] G. F. Vander Voort, Metallography: Principles and Practice, McGraw-Hill Book Co., NY, 1984 and ASM International, Materials Park, Ohio, 1999.
- [2] H.S. Yang, An Electrolytic Etching/Anodizing Method for Revealing the Microstructures of Common Aluminum Alloys, Pr. Metallogr., Vol 27, 1990, p 539.
- [3] G.F. Vander Voort, Tint Etching, Met. Prog., Vol 127, (No. 4), March 1985, p 31.
- [4] H. Klemm, Uses of Sodium Thiosulfate (Klemm's Reagent) as an Etchant, Pr. Metallogr., Vol 5, April 1968, p 163. p 454
- [5] E. Beraha, New Metallographic Reagents for Stainless Steel and Heat-Resisting Alloys, J. Iron Steel Inst. Jpn., Vol 204, March 1966, p 248.
- [6] E. Beraha, Staining Metallographic Reagent for Detection of Phosphides, Carbides and Nitrides in Iron, Steel, Tool Steels, Stainless Steel and Heat-Resisting Alloys, Pr. Metallogr., Vol 5, Sept 1968, p 501.
- [7] E. Beraha, Staining Metallographic Reagents for Cast Iron, Steels, Tool Steels, Manganese Steels, and Ferritic and Martensitic Stainless Steel, Pr. Metallogr., Vol 8, Sept 1971, p 547.
- [8] E. Beraha, Metallographic Reagents Based on Molybdate Solutions, Pr. Metallogr., Vol 11, May 1974, p 271.
- [9] P. Lichtenegger and R. Bloch, Colour Etching of High Alloy Steels, Pr. Metallogr., Vol 12, 1975, p 567.
- [10] P. Lienard, Etching of Aluminium Alloys, Structure, Vol 8, June 1984, p 17-20.

## Author

Behrooz paranj<sup>1\*</sup>

✉ Behrooz.paranj@iau.ir

1. Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran



## Investigating the effect of color and color reagents in metallography

### Abstract

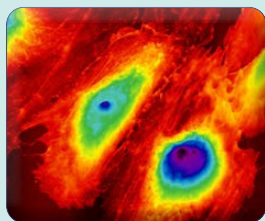
In this paper, examples shown have demonstrated the great value of color and tint etching for examining microstructures of metals. Solutions exist to develop color with most commercial alloy systems. The examples clearly demonstrate the value of these reagents in revealing the grain structure fully, even for the most difficult to etch specimens. Tint etchants reveal segregation very clearly and either EDS or WDS can be performed on a tint-etched surface without any problems from the interference surface layer.

### Keywords

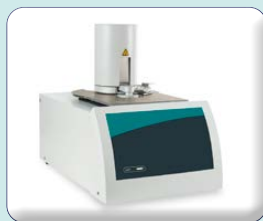
Anodizing, polarized light, dark field, color etching reagents.



## Investigation of Key Factors Affecting DLS Results and Error Reduction Strategies



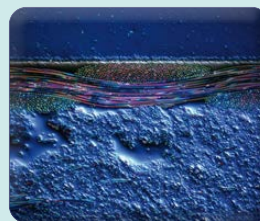
Application of atomic force microscopy in biological research; with a review of its application in conservative dentistry and endodontics.



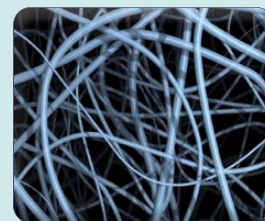
Differential Scanning Calorimetry- Thermal Fractionation Techniques for Polymer Characterization



How Grid Selection Determines the Quality of TEM Images



Investigating the effect of color and color reagents in metallography



Preparation of Polyacrylic acid/ Polyvinyl alcohol Polymer Superabsorbent Using Needleless Electrospinning and Investigation of Effective Device Parameters on Its Morphology