



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ДГТУ)**

Кафедра «Материаловедение и технологии металлов»

**Конспект лекций по дисциплине:
«Методы структурного анализа материалов»**

для обучающихся по направлению подготовки (специальности)
22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»
профиль подготовки «Материаловедение и технологии материалов в приборо-
строении и медицинской технике»

Ростов-на-Дону
2022г.

Общая характеристика методов структурного анализа.

Современные отрасли науки и промышленности предъявляют к материалам (инструментальным и конструкционным), к их свойствам самые разнообразные требования, зависящие от условий эксплуатации.

Основная задача современного физического и прикладного материаловедения – создание материалов обладающих высоким уровнем физических, механических и других эксплуатационных свойств.

Существуют два главных вопроса физического и прикладного материаловедения:

- 1) Как ведёт себя материал в тех или иных условиях?
- 2) Почему он себя так ведёт?

Наиболее полный ответ на эти вопросы, если говорить о природе физических и механических свойств материалов, даёт анализ, устанавливающий связь между хим. составом, структурой и свойствами материалов. Требуется детальное изучение свойств, структуры, её дефектов и изменения их в процессе получения, обработки и эксплуатации материала.

Эту информацию получают, применяя различные, взаимодополняющие и уточняющие друг друга, методы исследования свойств и структуры, дающие качественные и количественные оценки строения и поведения материалов в процессе производства, и эксплуатации. Именно структура является центральным звеном, которое в конечном итоге определяет свойства готовых изделий: и прочность и надежность. Различают прямые и косвенные методы изучения структуры. Ведущую роль при этом играет непосредственное наблюдение структуры

Именно структурный анализ положен в основу оценки качества.

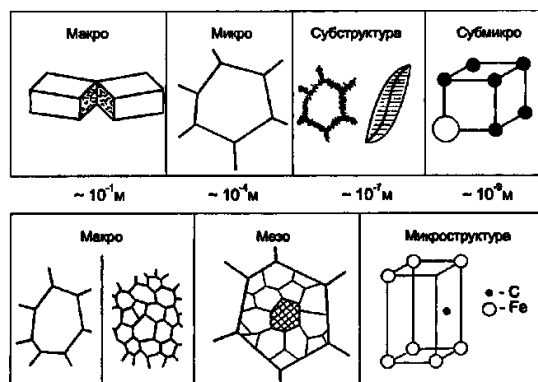
Но связь между структурой и свойствами не всегда однозначна. Из-за неравномерно распределённых остаточных напряжений, незавершённых фазовых превращений, сегрегаций и внутренних расслоений в твёрдых растворах. В этих случаях прибегают к косвенному анализу структуры по физическим, химическим и механическим свойствам..

В основе современных методов анализа лежат классические законы физики, химии и физхимии.

Важной задачей является грамотный выбор метода исследования. Из множества известных методов контроля необходимо выбрать тот (или те), которые позволяют определить свойства, наиболее интересующие потребителя (конструктора).

В металлографии (науке о структуре металлов и сплавов) весь размерный ряд структур и дефектов традиционно подразделяется на группы:

- макроструктура** (вид излома, дендритное и полиэдрическое строение, размеры зерен и их ориентация);
- мезоструктура** (структура внутри зерен, дислокации и их ансамбли, дисклинации, ячейки, полигоны, их размеры и ориентация);
- микроструктура** (иначе - рентгеноструктура, точечные дефекты, размеры и тип кристаллических решеток).



Как следует из табл. 1, выбор метода исследования связан с масштабным уровнем структуры изучаемого объекта, а конкретнее - с типичными деталями структуры, которые необходимо изучить. В этой связи следует остановиться на таком понятии, как разрешающая способность прибора. Она характеризует минимальное расстояние между двумя соседними деталями структуры объекта, которые еще могут быть отдельно различимы.

Таблица 1 Классификация структурных уровней по Э.В. Козлову и Н.А. Коневой

№	Название	Масштаб	Классификация
1	Вакансия, атом	2...3Å	Микроуровень
2	Перегиб, порог	5...50Å	
3	Дислокация, уступ на границе зерна, краудин	100Å	
4	Группа дислокаций, сплетение дислокаций, полоса скольжения, зона сдвига, дислокационная стенка, отдельные образования дислокационного типа, граница зерна. Доменные границы. Вакансионные, атомные и смешанные кла-	100...1000Å	
5	Ячейка, дислокационная петля и диполь, полоса в полосовой субструктуре, микрополоса сброса, микродвойники, группы дисклинаций. Пластины и рейки мартенсита. Блок мозаики,	0,1...1,0 мкм	Мезоуровень
6	Дислокационный ансамбль. Участок зерна или монокристалла. Пакет реек мартенсита. Зона	1мм...20 мкм	
7	Зерно. Дендрит. Зона сдвига, система сколь-	10...200 мкм	Уровень зерна
8	Группа зерен. Волокно композита	0,2...0,5 мм	Макроуровень
9	Участок образца	1 мм	
10	Образец в целом	мм...см	

Дж.У. Рэлеем было показано, что две точки объекта отдельно различимы, т. е. могут быть разрешены, если максимум интенсивности изображения одной из точек совпадает с первым минимумом интенсивности другой точки. Глаз человека позволяет различать детали изображения размером в несколько десятых долей миллиметра. Длина волн, воспринимаемых глазом человека, находится в пределах

от 0,4 до 0,7 мкм (цветовой интервал от темно-красного до фиолетового). Максимальную чувствительность глаз человека имеет к зеленому свету, длина волны которого составляет 0,56 мкм.

Таблица 2 Масштабные уровни и методы изучения структуры, соответствующие им

Масштаб	Макроуровень	Мезоуровень	Микроуровень	Нано - уровень
Типичное увеличение	x1	$\times 10^2$	$\times 10^4$	$\times 10^6$
Метод	Визуальный осмотр Рентгеновская радиография Ультразвуковая инспекция	Оптическая микроскопия Растровая электронная микроскопия	Растровая и просвечивающая микроскопия Атомно-силовая микроскопия	Рентгеновская дифракция Сканирующая туннельная микроскопия Просвечивающая электронная микроскопия
Типичные детали	Производственные дефекты. Поры, трещины и включения	Зерна и частицы других фаз Морфология и анизотропия фаз	Структура субзерен Зерна и границы фаз Выпадение кристаллов	Кристаллическая и межзеренная структура Точечные дефекты и кластеры дефектов

Разрешающая способность различных приборов существенно отличается. Разрешение прибора определяется длиной волны излучения, а также особенностями взаимодействия излучения с исследуемым материалом.

В металлографии (науке о структуре металлов и сплавов) весь размерный ряд структур и дефектов традиционно подразделяется на группы:

- макроструктура** (вид излома, дендритное и полиэдрическое строение, размеры зерен и их ориентация);
- мезоструктура** (структура внутри зерен, дислокации и их ансамбли, дисклинации, ячейки, полигоны, их размеры и ориентация);
- микроструктура** (иначе - рентгеноструктура, точечные дефекты, размеры и тип кристаллических решеток).

Генезис и морфология структуры материалов

Любая структура создается в процессах первичной или вторичной кристаллизации. Первичная кристаллизация - это кристаллизация из жидкого состояния, при которой обычно формируется дендритная или полиэдрическая структура с полным набором макро-, мезо- микродефектов строения. Вторичная кристаллизация - это перекристаллизация в твердом состоянии, при которой также возникают макро-, мезо- и микродефекты и внутренние напряжения всех трех уровней.

Вторичная кристаллизация в материале возникает по трем основным причинам:

- при фазовых превращениях, вызванных сменой модификаций в одном из компонентов сплава (например, при переходе $\alpha \rightarrow \gamma$ в железе, что связано с превращением феррит \rightarrow аустенит);

-при частичном распаде твердых растворов за счет уменьшения растворимости компонентов одного в другом и выделении вторичных избыточных фаз (например, выделение фазы CuAl_2 в дуралюмине при его старении);

-при деформации в холодном или горячем состояниях с последующим развитием фрагментации, полигонизации или рекристаллизации.

Влияние дефектов кристаллической решетки на свойства материалов

Дефекты без сомнения оказывают сильное воздействие на свойства заготовки. Но далеко не всегда эти нежелательные воздействия, связаны с потерей материала нужных характеристик. Часто кристаллическую решетку специально подвергают изменениям, чтобы добиться нужных свойств.

Дефекты, возникающие при деформации твердого тела

Процесс образования дефектов при деформации небольшой величины идет не интенсивно. После снятия напряжения вызывающего эту деформацию, тело может принять первоначальную форму. Однако, если уровень деформации превысит пороговое значение, то количество дефектов начнет расти очень быстро, что приведет к необратимому процессу пластической деформации материала.

Дефекты обработки поверхности. В процессе снятия стружки или шлифовки материала всегда возникают микротрещины на поверхности объекта.

Дефекты литейного происхождения Дефектов этого типа существует много, приведем парочку примеров. Когда расплавленный сплав заливают в формы, и он начинает остывать то из-за неравномерности остывания некоторые части слитка застывают раньше, а другие позже, это создает сдвиги слоев между собой. Кроме того, в сплав могут попасть мелкие пузыри воздуха, отчего образуются поры. ***Дефекты плавления, заливки металла в изложницы, кристаллизации и охлаждения*** – это зоны ликвации, общее несоответствие заданному химическому составу, усадочные раковины, рыхлость, пористость, газовые раковины, продольные и поперечные горячие и холодные трещины, пузыри, неметаллические включения (земля, шлак) и др. ***Ликвация*** – это местная неоднородность химического состава сплава, возникающая при его кристаллизации. В зоне ликвации могут быть понижены металлические характеристики металла.

Дефекты механической обработки возможны в процессе обработки металлов резанием: отделочные микротрещины в поверхностном слое детали, наклепанном в результате воздействия режущего инструмента; шлифовочные трещины на обрабатываемой поверхности (чаще встречаются на деталях, изготовленных из металлов с высокой твердостью): остаточные растягивающие или сжимающие внутренние напряжения. Они способствуют появлению усталостных трещин и этим представляют большую опасность в процессе эксплуатации изделий. ***Дефекты при обработке металлов давлением*** возникают в процессе прокатки, волочения, прессования,ковки и штамповки металлов в виде усадочных и газовых раковин, рыхлот, ликвации, трещин, расслоений, волосовин, флокенов, неметаллических включений (являются следствием некачественного исходного материала); заусенцев, сдвигов одной части профиля по отношению к другой, рискот задиров на валках прокатного стана, плен, закатов, зажимов, утонений и разрывов (дефекты производства). Флокены – дефекты внутреннего строения стали в виде серебристо-

белых пятен (в изломе) или волосовин (на протравленных шлифах) – встречаются главным образом в катаных или кованных изделиях и обусловлены повышенным содержанием водорода.

Дефекты прокатного производства Дефекты прокатного производства образуются при нарушении технологии прокатки и предварительного нагрева заготовки. Неправильный коэффициент обжатия или недостаточный нагрев заготовки перед прокаткой может привести к появлению на поверхности стали - усов, волосовин, флокенов, трещин, сколов, смятых концов и других дефектов.

Дефекты термообработки Дефекты термообработки - образуются при неправильном выборе термического режима или его несоблюдении. Наиболее часто на этапе термообработки образуются следующие дефекты - перегрев (можно исправить повторным нагревом), пережог, термическое трещинообразование и другие. Дефекты, возникающие при хранении, транспортировке и складировании. **Дефекты термической и химико-термической обработки металлов** появляются в результате горячей обработки металлов: крупнозернистая структура, оксидные и сульфидные выделения по границам зерен в стали, вызванные перегревом; крупнозернистая структура и окисление по границам зерен, обусловленные пережогом; термические трещины, обезуглероживание, науглероживание, водородные трещины. Окисление по границам зерен вызывает межкристаллитную коррозию, которая в дальнейшем способствует разрушению металла.

Дефекты хранения В ходе перевозки или хранения металл может быть деформирован - погнут, замят. Также при длительном лежании металла происходит его старение, в результате чего он теряет прочностные и пластические свойства и др.

Дефекты сварки и пайки металлов бывают внешними и внутренними. В сварных соединениях к внешним дефектам относят наплывы, подрезы, наружные не провары и не сплавления, поверхностные трещины и поры; к внутренним – скрытые трещины и поры, внутренние не провары и не сплавления, шлаковые и другие включения. В паяных соединениях внешними дефектами являются наплывы и на-теки припоя, неполное заполнение шва припоем; к внутренним – поры, включения флюса, трещины и др.

Роль физических методов, основанных на анализе взаимодействия веществ на электронном и ядерном уровнях, в последнее время резко возросла. Постоянно совершенствуются классические и разрабатываются новые методы и приборы, позволяющие наблюдать как крупные структурные составляющие, так и строение тонкой кристаллической структуры. Использование этих методов позволяет получить подробную информацию об изменениях в макро-, микро- и тонкой кристаллической структуре материалов.

Прямые методы: металлографический (макро-и микроструктурный) анализ, электронномикроскопический анализ, рентгеноструктурный и нейтронографический анализы позволяют определить непосредственно параметры структуры (форму и размер зёрен, количество фаз, плотность дефектов, тип и периоды кристаллической решётки и т.д)

Косвенные методы: магнитный, электрический, ультразвуковой, акустический и др. позволяют судить об изменении структуры материалов по изменению физических характеристик (электропроводность, магнитная проницаемость и др.)

Любой аналитический процесс начинается с постановки задачи и выбора метода анализа обеспечивающего максимальную точность, позволяющего учесть число и природу мешающих факторов.

Методы механических испытаний машиностроительных материалов

В зависимости от характера напряжённого состояния, создаваемого в испытуемом материале, и условий его нагружения различают несколько видов механических испытаний:

1. Статические испытания – когда нагрузка прилагаемая к образцу медленно и плавно возрастает:

- *испытания на растяжение*. При этом испытуемый материал находится под действием нормальных S и касательных τ напряжений. Зависимость между максимальными касательными напряжениями и максимальными нормальными растягивающими напряжениями-

$$\tau_{\max} / S_{\max} = 0,5;$$

- *испытания на сжатие* $\tau_{\max} / S_{\max} = 2;$

- *испытания на кручение* $\tau_{\max} / S_{\max} = 0,8;$

- *испытания на изгиб*. При этом материал в соответствующих зонах подвергается действию сжимающих и растягивающих напряжений;

- *испытания на твёрдость*. Когда испытываемые объёмы материала находятся в условиях всестороннего сжатия.

Чем больше растягивающие напряжения и меньше отношение τ_{\max} / S_{\max} , тем более «жёстким» является испытание..

Для выбора способа испытания необходимо учитывать свойства испытуемого материала

(испытания на растяжение являются «жёсткими» для чугуна и закаленной стали, и «мягкими» для отожженной и высокоотпущенной стали).

Металлографические методы исследования структуры

Металлография возникла в трудах её основоположников П.П. Аносова . К.Д. Чернова как наука о кристаллической структуре металлов и сплавов, видимой невооружённым глазом и с помощью микроскопа.

Макроструктурный анализ

Под макроструктурой металлов, сплавов и других материалов понимают их строение, которое можно наблюдать визуально, или при небольшом увеличении при помощи лупы. Макроанализ даёт представление об общем строении металла и позволяет оценить его качество после различных видов обработки. В процессе проведения макроанализа можно наблюдать одновременно большую поверхность изделия, что позволяет судить о качестве материала и определить условия предшествующей обработки, особенности строения материала после затвердевания, и качество обработки, применявшейся для придания детали окончательной формы и свойств (обработка давлением, сварка, резание и т.д.)

Макроструктурный анализ проводят для контроля макроструктуры по всей технологической цепочке изготовления изделия, начиная с входного контроля до контроля окончательно обработанных изделий. Цель макроструктурного анализа - выявить несплошности материала (трещины, усадочные раковины, пористость и др.), химические ликвации, неоднородности строения, неметаллические микровключения, изучить структуру после литья, прокатки, термической обработки и др. Макроструктурному анализу подвергают как детали, так и специально отобранные пробы.

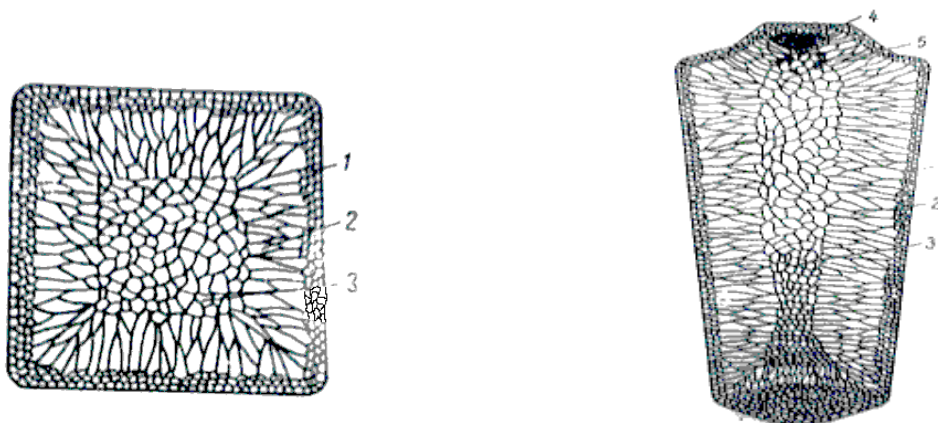
Более 150 лет тому назад методами макроструктурного анализа широко пользовался П.П.Аносов, определяя по макроструктуре качество металла и его служебные свойства.

Д.К.Чернов использовал макроструктурный анализ для определения пузырей, пористости и ликвации в стальных слитках. По макроструктуре он судил о результатах термической обработки стали (закалке).

В настоящее время макроструктурное исследование является обычным и необходимым методом заводского контроля.

Основан макроанализ на том, что свет по-разному отражается от различных участков поверхности специально подготовленных образцов макрошлифов (темплетов) или изломов.

Для изготовления излома или шлифа нужно выбирать в исследуемом объекте направление, по которому изучаемая особенность структуры или её неоднородность выявляются лучшим образом. Например, при изучении макроструктуры слитка делают один его осевой разрез и два или три поперечных, один прямо под усадочной раковиной, второй посередине и третий в донной части слитка



Число образцов, их размеры, место вырезки и другие условия отбора проб указаны в стандартах и технических условиях на конкретные виды металлопродукции. Вырезанные образцы подвергают торцеванию, строганию и шлифованию. Чем тоньше (мельче) детали структуры, которые должны быть выявлены, тем чище должна быть обработка поверхности.

После механической обработки поверхность шлифа должна быть ровной и чистой, без значительного поверхностного наклёпа и прижога металла. После изготовления шлиф промывают водой, спиртом или специальными растворами.

Затем шлиф протравливают, при этом разные участки поверхности шлифа, имеющие разный хим. состав и строение протравливаются по-разному. На поверхности возникает микрорельеф. Различают три метода макротравления: глубокое, поверхностное и отпечаток. После травления поверхность образца готова к просмотру. Благодаря микрорельефу свет, который представляет собой электромагнитные волны, отражается или рассеивается от разных участков поверхности и видны светлые и темные участки.

При проведении макроанализа для разных сплавов применяют при травлении специальные реактивы, составы которых и условия травления приведены в справочниках. Естественно, макроанализ даёт только качественную характеристику химической неоднородности, но он позволяет выявить участки, подлежащие дальнейшему исследованию и оценить качество металла в целом.

В некоторых случаях макроструктуру удобно изучать на изломах. Для этого готовят продольные или поперечные образцы с надрезом и разрушают их по месту надреза на прессе или на копре с большой скоростью и с большой сосредоточенной нагрузкой, чтобы избежать смятия поверхности излома и образования расслоений.

Методом макроанализа изломов определяют:

- вид излома – вязкий, хрупкий, нафталинистый (в стали), камневидный (в стали) и т.д.;
- нарушения сплошности металла – усадочная рыхлость, центральная пористость, свищи, подкорковые пузыри, межкристаллитные трещины, флокены, дефекты сварки;
- дендритное строение, зона транскристаллизации литого металла;
- химическая неоднородность литого металла (ликвация) и присутствие в нём грубых включений;
- волокнистая структура деформированного металла. Выявление волокнистой структуры позволяет установить способ деформации, при изготовлении деталей;
- структурную и химическую неоднородность металла, созданную термической, термомеханической или химикотермической обработкой.

Анализ излома позволяет установить многие особенности строения материалов, причины хрупкого или вязкого разрушения.

Излом ровный, блестящий – характерен для хрупкого разрушения

Излом с выступами или чашечный излом – разрушение вязкое (сначала была пластическая деформация, которая привела к упрочнению некоторого объёма материала, затем в упрочненном объёме произошёл хрупкий излом (фасетка).

Фиксируют макроструктуру её фотографированием, зарисовкой, тушевкой, отпечатками и др.

В некоторых случаях макроструктуру удобно изучать на изломах. Для этого готовят продольные или поперечные образцы с надрезом и разрушают их по месту надреза на прессе или на копре с большой скоростью и с большой сосредоточенной нагрузкой, чтобы избежать смятия поверхности излома и образования расслоений.

Макроанализ не определяет подробностей строения и часто является предварительным видом исследования, однако он позволяет выбрать те участки, которые требуют дальнейшего микроскопического исследования.

Макроструктурный анализ в процессе производства позволяет корректировать и уточнять технологический процесс. С помощью макроанализа можно определить:

- нарушения сплошности металла;
- подусадочную рыхлость;
- центральную пористость;- подкорковые газовые пузыри;
- межкристаллитные трещины;
- дефекты сварки;
- дендритное строение;
- химическую неоднородность (ликвацию) литого металла и присутствие волокнистой структуры деформированного металла;
- наличие в нём грубых инородных включений;
- вид излома (вязкий, хрупкий, нафталинистый, камневидный ; и т.д.

Для исследования, как макрошлифов, так и изломов при небольших увеличениях и для их фотографирования часто применяют стереоскопический бинокулярный микроскоп МБС-2 с микрофотонасадкой МФН-5 (в настоящее время – цифровые фотоаппараты).

Способы макроанализа различны в зависимости от состава сплава и задач, стоящих перед исследователем.

Фрактографию может проводиться любым из доступных методов исследования поверхностей от визуального осмотра до растровой и электронной микроскопии.

Фрактографические исследования чаще всего проводят для установления связи между внешними и внутренними факторами, определившими наблюдаемый вид разрушения.

Методом фрактографии пользуются при определении качества металла, анализе микро- и макроструктуры реальных деталей.

Для визуального исследования изломов используют лупы, бинокулярные и стереоскопические микроскопы с увеличением до 200. Это позволяет классифицировать излом по общему виду (хрупкий, вязкий межкристаллитный, нафталинистый, камневидный). Недостаток метода малая разрешающая способность.

Электронная микрофрактография позволяет выявить особенности тонкого строения излома и установить характер развития трещин. При изучении тонкой структуры изломов часто исследуют:

- сколы. – вид излома характерный для хрупкого разрушения (ручьистый излом);
- чашечный излом и волокнистый изломы– встречающиеся при вязком разрушении;
- расщепление по плоскостям скольжения – промежуточный между вязким и хрупким вид излома;
- квазиотрыв- плоские фасетки, внутри которых наблюдается обычно хрупкий (ручьистый) излом.;
- межзёренный излом – образуется при ослаблении состояния границ зёрен чаще всего из-за наличия выделений, снижающих сцепление между зёрнами.

Микрофрактографический анализ широко применяется при анализе неметаллических включений как очагов разрушения материала при определённых нагрузках.

Метод микрофрактографии позволяет идентифицировать включения, входящие в излом при разрушении.

Микроструктурный анализ

Микроструктура – картина внутреннего строения металла (или другого материала), которую наблюдают с помощью микроскопов(оптических или электронных).

Микроскопический анализ заключается в исследовании структуры материалов при достаточно больших (до 1500^x) увеличениях с помощью микроскопа. Наблюдаемая в микроскоп структура называется микроструктурой. Её можно сфотографировать и сравнивать после различных видов обработки(она обязательно будет изменяться).

Основные задачи, решаемые методами микроструктурного анализа

- Определение и оценка микроструктуры сталей (определение основных структурных составляющих – феррита, перлита, мартенсита, карбидов и др, их количества, морфологии и распределения);
 - Анализ неметаллических включений (определение химического состава включений, структуры, типа, количественная оценка загрязнённости металла различными включениями). При анализе включений часто используют кроме светлопольного, темнопольное освещение и поляризованный свет;
 - Определение величины зерна(по ГОСТ 5639-65;
 - Контроль различных видов термической термомеханической, механической , химико- термической и других видов обработки сталей;
 - Определение марки и изучение микроструктуры чугунов и других сплавов.
- Обычно микроструктура фиксируется путём фотографирования.

Оптические металлографические микроскопы позволяют наблюдать структуру на специально подготовленных образцах - микрошлифах. при увеличениях от 30-50 до 1500 раз..

Микроанализ проводят с целью определения микроструктуры и фазового состава сплавов оценки размеров и формы зёрен, количества и распределения различных фаз. Микроструктурный анализ позволяет установить связь химического состава, условий производства и обработки сплава с его микроструктурой и свойствами.

В задачу микроанализа обычно входит, определение основных структурных составляющих стали (феррита, перлита, мартенсита, карбидов и др.) их количества, морфологии и распределения. Применяемые увеличения металлографического микроскопа зависят от дисперсности структурных составляющих.

Для более экспрессной оценки микроструктуры при металлографических исследованиях и контроле различных сталей используют эталонные шкалы микроструктур, которые приведены в стандартах или технических условиях с указанием реактивов для травления и увеличения.

Предназначенный для микроскопического анализа микрошлиф должен быть тщательно обработан до получения зеркального блеска, потому что металлографические микроскопы работают по принципу отражения.

Образец вырезают из той части изделия, которая представляет наибольший интерес. Обычно образцы круглой или прямоугольной формы площадью 1-2см² и высотой 10-20 мм. Общее число образцов от одного объекта должно быть минимальным, но достаточным для получения надёжных результатов. После вырезки образцы зачищают, шлифуют, полируют и протравливают. После механической обработки на поверхности должен остаться минимальный слой деформированного металла, не должно быть ямок и царапин.

Для приготовления шлифов часто используют шлифовально-разрезные и шлифовально-полировальные станки. При механической обработке образца должны быть предусмотрены меры, исключающие его нагрев . Наиболее качественная поверхность микрошлифа получается после электролитического полирования. После полирования образец промывается водой или спиртом, высушивается и протравливается, для получения на поверхности микрорельефа.

Наличие микрорельефа и позволяет увидеть изображение микроструктуры с помощью металлографического микроскопа.

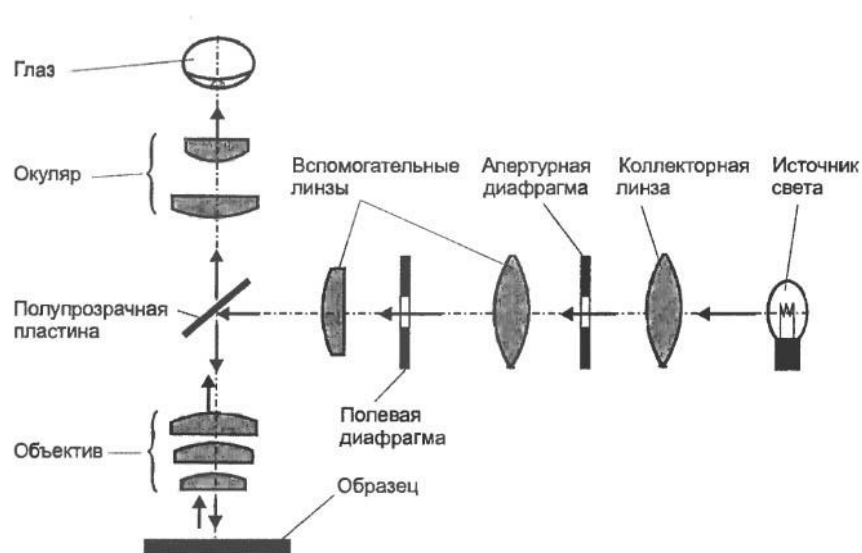
Основы световой оптической микроскопии.

Световой микроскоп должен давать увеличенные, чёткие и контрастные изображения микроструктуры объектов. Это определяется свойствами света (явлениями дифракции, интерференции и поляризации) и оптическими свойствами исследуемого объекта

(отражательная способность, поглощение)

Микроскоп представляет собой комбинацию двух увеличивающих оптических систем – объектив и окуляр, разделенных значительным расстоянием.

Принципиальная схема оптического микроскопа.



Световые лучи, отражающиеся от участков поверхности шлифа, приблизительно перпендикулярных оси микроскопа попадают в объектив, а те лучи, которые рассеиваются от неровностей, в поле объектива не попадают. На конечном изображении поверхности, создаваемом окуляром все отражающие свет участки оказываются светлыми, рассеивающие свет – темными. Благодаря этому выявляются различные элементы структуры, например: границы зёрен, частицы выделений, включения и поры.

Увеличение микроскопа равно произведению увеличений объектива и окуляра. Основное увеличение обеспечивается объективом, оно может достигать 100. Увеличение окуляра обычно не превышает 20.

Объектив создаёт обратное действительное увеличенное изображение образца в передней фокальной плоскости окуляра S_1 . Окуляр дополнительно увеличивает это изображение и даёт окончательное мнимое увеличенное изображение S_2 на расстоянии ≈ 250 мм от глаза наблюдателя.

Разрешающая способность микроскопа, характеризуется минимальным расстоянием d между двумя соседними деталями структуры объекта, которые могут быть различимы. Она ограничена дифракционными явлениями и абберациями элементов оптических систем. Максимальная разрешающая способность микроскопа определяется условием

$$d = \lambda / 2n \sin \theta, = \lambda / 2A$$

где λ – длина волны света, n – показатель преломления среды между объектом и объективом (для воздуха $n = 1$), θ – угловая апертура объектива.

Величина $A = n \sin \theta$ – числовая апертура объектива. Её можно увеличить, заполняя пространство между объективом и шлифом иммерсионным (обычно кедровым) маслом. Для этой цели используются специальные иммерсионные объективы.

В связи с использованием достаточно больших увеличений и микрофотографирования во всех микроскопах для освещения объекта применяют специальную осветительную систему, в общем случае состоящую из источника света (лампа) $\lambda \approx 0,60$ мкм и системы линз- конденсора, который собирает и направляет свет на объект.

Для создания наилучшего изображения применяют специальные диафрагмы, ограничивающие световые лучи.

Объектив микроскопа состоит из нескольких линз, установленных коаксиально. Эта система линз обеспечивает удовлетворительное устранение дефектов изображения (аббераций), к ним относится хроматическая абберация (обусловлена тем, что при использовании немонахроматического света, лучи с меньшей длиной волны преломляются сильнее и изображение искажается), сферическая (связана с различным преломлением монохроматических лучей, проходящих через различные участки линзы), астигматизм (раздвоение изображения), кома, кривизна изображения, дисторсия (различное увеличение деталей объекта находящихся на разном расстоянии от оптической оси, при этом изображение прямых линий оказываются искривлёнными).

Окуляры микроскопов, как и объективы, имеют собственное увеличение и собственную коррекцию изображения.

Различают:

- 1 -окуляры Гюйгенса(простые) их используют при визуальной работе;
- 2 – компенсационные окуляры для исправления остаточных хроматических аббераций;
- 3- фото окуляры и гомали, которые предназначены для микрофотографирования и проектирования изображения на экран.

Для чёткого наблюдения микроструктуры важно создать оптимальные условия освещения шлифа. С увеличением освещения возрастает контрастность изображения.

Изображение микроструктуры можно наблюдать визуально (окуляр) и фиксировать на фотопластинку. В настоящее время в основном используются микроскопы с вертикальным ходом осветительного пучка (МИМ-7). Достоинства этих приборов – компактность и простота обслуживания.

Методы микроскопического анализа металлов и сплавов

При микроскопических исследованиях большое значение имеет контрастность изображения.

Чаще всего металлографические исследования проводят с применением светлопольного вертикального освещения. Но при этом часто возникает рассеянный свет при отражении от объекта, от поверхности оптических деталей микроскопа, внутренних стенок тубуса, мехов фотокамеры. и т.д. При этом качество изображения ухудшается.

Для повышения контрастности применяют другие виды освещения.

Метод косо́го освещения (верхний косой свет в светлом поле)

При этом методе используются преимущественно косые, не параллельные оси микроскопа лучи. Основное достоинство метода – резкое повышение контрастности.

Косое верхнее освещение целесообразно применять при малых увеличениях для освещения непрозрачных объектов при достаточно резком рельефе поверхности шлифа. При этом, выступающие участки будут отбрасывать тень на остальную поверхность, которая даёт меньшее отражение лучей. Такой способ освещения применяется в лупах Бринелля и в некоторых переносных микроскопах.

Косое освещение достигается включением между объективом и полупрозрачной пластинкой призмы косого освещения или пластинки Бека, или смещением, по отношению к оптической оси системы апертурной диафрагмы, вращая которую изменяют плоскость падения света на объект.

Способ косого освещения позволяет хорошо выявить рельеф поверхности объекта, определить какие из деталей структуры представляют собой «возвышения» над плоскостью шлифа, какие – «впадины».

При косом освещении хорошо выявляются дефекты металлографической подготовки шлифа.

Метод темнопольного освещения

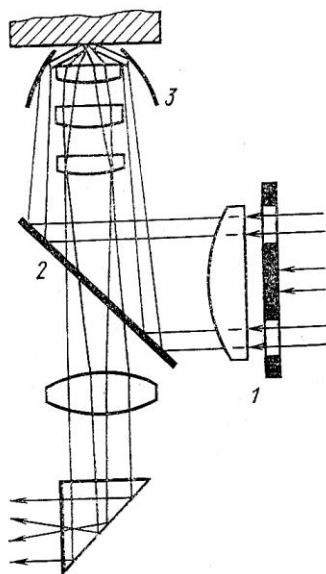
При темнопольном освещении прямые лучи в формировании изображения не участвуют.

Объектив не входит в этом случае в систему освещения.

Для освещения объекта применяется специальный конденсор тёмного поля, который устанавливается на объектив или монтируется вместе с ним (эпиобъектив). В микроскопе МИМ- 7 есть специальный рычаг вводящий конденсор в осветительную систему микроскопа.

Пройдя через кольцевую диафрагму 1, свет отражается от кольцевого зеркала 2, установленного на месте полупрозрачной пластинки, и попадает на зеркальную отражающую параболическую поверхность специального конденсора тёмного поля 3 или на эпиобъектив.

Схема темнопольного освещения



Свет падает так, что при зеркальном отражении не попадает в объектив.

Такая система создаёт косое освещение объекта, при котором освещающий пучок имеет большую апертуру, чем в случае светлопольного освещения.

В металлографической работе способ тёмного поля обычно используется для увеличения оптического контраста.

Темнопольное изображение является обратным по отношению к светлопольному (углубления и выступы становятся светлыми на однородном тёмном фоне) поскольку в объектив попадают лучи, отражённые неровностями поверхности.

Такой тип освещения даёт высококонтрастные изображения, чётко выявляет структуру металла, границы между отдельными фазами, натуральный цвет неметаллических включений и дефекты на отполированной поверхности микрошлифа (царапины, поры, трещины). В тёмном поле различие между отдельными колониями перлита выявляется не только по ориентации пластинок, но и по резкому отличию освещённости изображения участков, соответствующих разным колониям.

Второй очень важный случай, когда целесообразно использовать темнопольное освещение – выявление отдельных мелких рельефных частиц на гладком поле. При темнопольном освещении рельефные участки видны как яркие точки на тёмном поле.

Особый случай целесообразности применения метода тёмного поля представляет исследование неметаллических включений. При этом легко оценивается прозрачность включений (прозрачно, слабoproзрачно, непрозрачно) рассмотреть внутреннее строение включений, выяснить их собственный цвет.

Исследования микроструктуры в поляризованном свете

Поскольку многие металлы, а также неметаллические фазы являются оптически анизотропными, при металлографических исследованиях часто целесообразно использовать поляризованный свет. С этой целью перед коллекторной линзой микроскопа помещают поляризатор (призму Николя или поляроид). Создающийся в поляризаторе плоскополяризованный свет после отражения от объекта проходит через анализатор, расположенный между объективом и окуляром или над окуляром.

Если объект оптически изотропен, то при определённой настройке микроскопа можно добиться практически полного поглощения света. Если же кристаллиты одной или нескольких фаз оптически анизотропны, то полного поглощения не происходит, и отдельные кристаллы оказываются светлыми, получается видимое контрастное изображение.

Структурные составляющие, которые имеют кубическую решетку, изотропны, поэтому их легко отличить от других составляющих. С помощью поляризованного света на нетравленых образцах анизотропных материалов можно изучать их микроструктуру и определять размер зерна. Этот метод позволяет наблюдать интерметаллические фазы в легированных сталях.

Наиболее часто исследования в поляризованном свете применяют для идентификации неметаллических включений в сталях, т.к. эти включения

имеют характерные цвета или изменяют цвет при вращении предметного столика. Для идентификации имеются специальные таблицы.

Для изучения структуры в поляризованном свете требуется высокое качество поверхности шлифа, отсутствие заметного рельефа и следов механической обработки..

Метод фазового контраста

Контрастность изображения рельефных структур может быть дополнительно повышена при использовании системы фазового контраста, имеющейся в некоторых микроскопах.

При использовании этой системы неровности (рельеф) поверхности шлифа создают разность фаз отражённых световых лучей, которая усиливается дополнительной оптической системой. Для введения фазового контраста в оптическую систему микроскопа включается линза Бертрана,

С помощью фазового контрастного метода удастся обнаружить разность в уровнях рельефа поверхности до ≈ 500 нм .

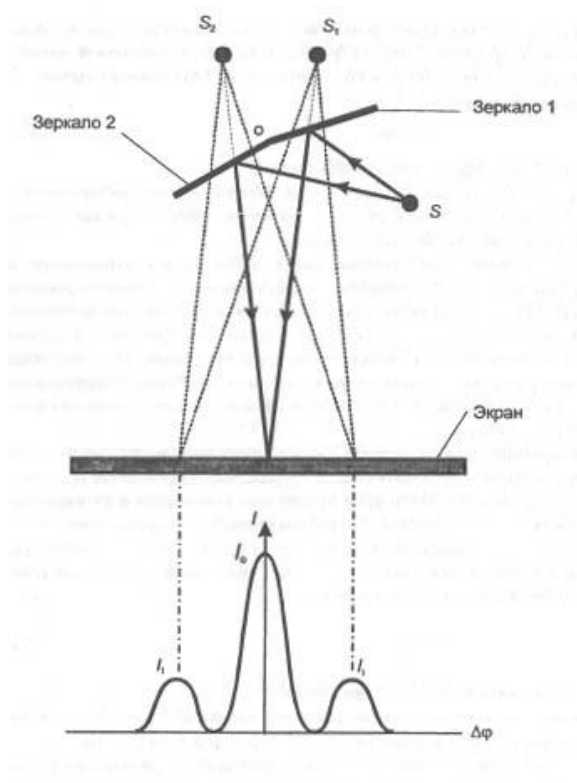
Этот метод особенно хорошо использовать для изучения границ зёрен, двойников, линий скольжения и дисперсных частиц.

Метод интерференционного получения изображения

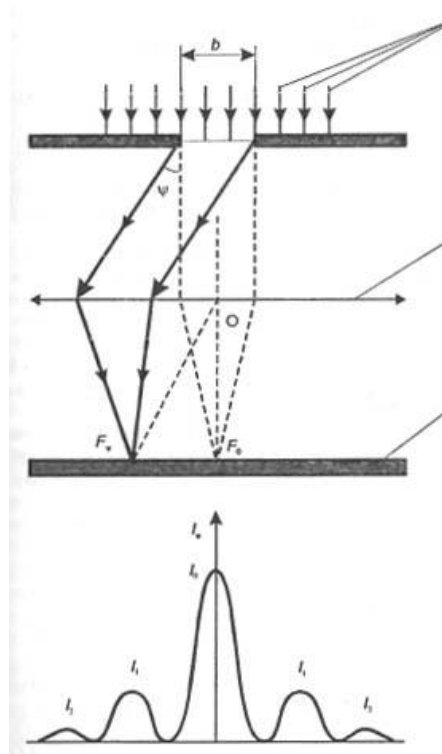
Свет имеет электромагнитную волновую природу. При падении луча на границу раздела двух сред имеют место явления преломления и отражения света.

Если два луча от одного и того же источника встречаются в одной точке пространства, то происходит **интерференция** света, то есть взаимное усиление или ослабление интенсивности лучей.

При прохождении света через небольшое отверстие наблюдается **дифракция**, то есть отклонение света от первоначального направления. При этом световые волны, приходящие из разных точек в одну точку на экране, интерферируют между собой.



Интерференция света: S , S_1 , S_2 – источники света; I – интенсивность



Дифракция света при прохождении его через узкую щель: b – ширина щели; I – интенсивность

Микроскопическое изображение, получаемое посредством светового микроскопа, представляет собой двумерное распределение отражающей способности по поверхности образца (или пропускания, если используется схема в проходящем свете и прозрачный объект), при этом теряется существенная часть информации об этой поверхности – информация о рельефе.

По микроскопическому изображению можно сделать лишь общие качественные выводы о характере рельефа, но сказать, какова высота какого-либо участка поверхности относительно другого нельзя. Причина этого заключается в том, что микроскопическое изображение в основном несет информацию о том, какая доля энергии отразилась от того или иного участка поверхности объекта и достаточно грубо позволяет определить рельеф поверхности – насколько далеко, или близко этот участок располагается.

Идея, положенная в основу интерференционного микроскопа, заключается в том, чтобы при помощи светового микроскопа не только получить увеличенное изображение поверхности объекта, но и восстановить рельеф этой поверхности. Иными словами необходимо обеспечить в микроскопе регистрацию не только амплитуды отраженной от объекта световой волны, но и ее фазы.

Эту операцию можно осуществить, воспользовавшись явлением интерференции световых полей. Для этого необходимо обеспечить наличие опорной волны, с которой будет сравниваться волна, отраженная от объекта. Для создания опорной волны понадобится еще один микрообъектив идентичный микрообъективу МО и зеркало, которые следует расположить так, как по-

казано на рис. 2. По сути, это два микроскопа с общим тубусом. Один формирует изображение поверхности объекта, второй – изображение поверхности опорного зеркала М. Важной деталью является то, что у этих двух микроскопов один источник излучения S и, следовательно, формируемые в них изображения могут быть взаимно когерентными и при определенных условиях формировать интерференционную картину. Вид этой интерференционной картины несет информацию о различиях в рельефе и структуре контролируемой и опорной поверхностей.

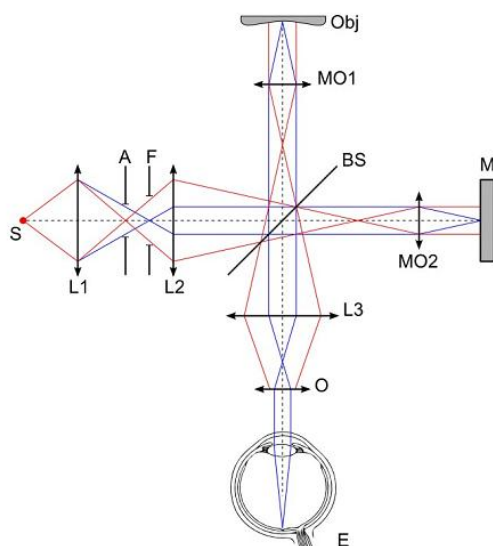


Рис. 2. Оптическая схема микроинтерферометра Линника: S – протяженный источник света, L1, L2, L3 – линзы, A, F – диафрагмы, MO1, MO2 – микрообъективы, BS – светоделитель, Obj – объект, M – зеркало, O – окуляр, E – глаз наблюдателя.

Для исследования структурного механизма пластической деформации применяют интерференционный микроскоп или микроинтерферометр. Микроинтерферометр позволяет количественно оценивать изучаемый рельеф. Существуют методы двухлучевой и многолучевой интерферометрии. Принципиально эти методы различаются световыми потоками, которые попадают на исследуемый объект.

Схема на рис. 2 по своей сути представляет собой модифицированный двухлучевой интерферометр Майкельсона, особенность которого заключается в наличии идентичных микрообъективов в обоих плечах, которые совместно с тубусной линзой и окуляром образуют два частично совмещенных микроскопа.

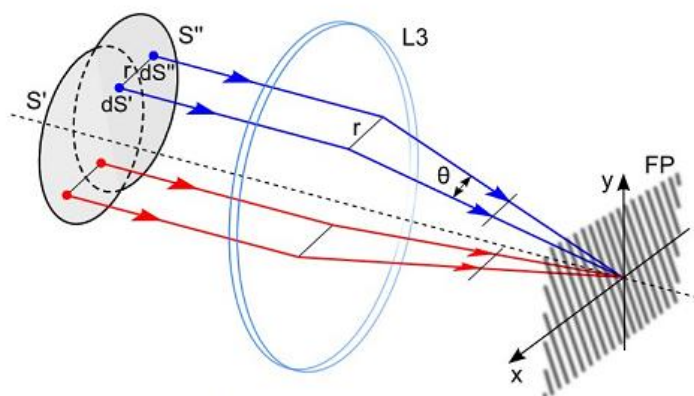


Рис. 3. К процессу формирования интерференционной картины на выходе микроинтерферометра: S' и S'' – вторичные источники, смещенные друг относительно друга, dS' и dS'' – соответствующие элементарные точечные источники на поверхности вторичных источников S' и S'' , r – расстояние, на которое один источник смещен относительно другого, $L3$ – тубусная линза, FP – фокальная плоскость тубусной линзы $L3$, совмещенная с фокальной плоскостью окуляра.

Интерференционная картина, возникающая на выходе микроинтерферометра, может быть рассмотрена как результат интерференции волн, распространяющихся от двух вторичных источников, являющихся изображениями протяженного источника S (рис.3). Взаимное расположение этих источников определяет вид интерференционных полос – их период и ориентацию

Измерять рельеф поверхности при помощи микроинтерферометра можно не только по изгибу интерференционных полос, но и по их смещению при перестройке микроскопа с одного участка поверхности на другой.

При использовании методов фазового и интерференционного контрастов необходимо особенно тщательно готовить микрошлифы. Для удаления деформированного наклёпанного слоя, после механического полирования целесообразно применять окончательное лёгкое электролитическое полирование.

Количественные анализаторы микроструктуры

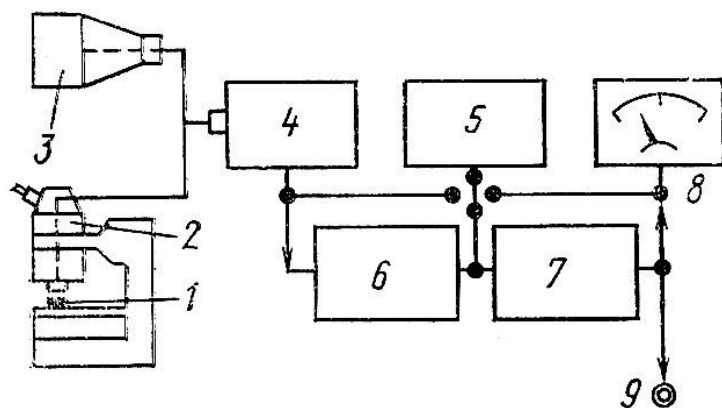
В настоящее время для металлографического контроля часто недостаточно качественного описания структуры.

При контроле и исследовании структуры сталей и сплавов большое внимание уделяется установлению связи между свойствами и количественными характеристиками микроструктуры (размером зерна, содержанием различных фаз и неметаллических включений, их распределением по размерам и формам и т. д.).

Существуют различные методики ручной количественной металлографии, позволяющие определить параметры трёхмерных объектов по двумерным измерениям занимаемых этими объектами площадей в сечении шлифа. Эти методы трудоёмки, требуют большого числа измерений с последующей статистической обработкой данных. В системе текущего экспрессного анализа и контроля качества они не используются.

В настоящее время разработаны специальные полуавтоматические и автоматические приборы для количественного анализа изображений.

Наиболее известны английские приборы типа «Квантимет»



Блок-схема прибора «Квантимет»

В основу действия автоматических анализаторов микроструктуры положен принцип её сканирования световым лучом. Регистрируются импульсы, поступающие от фаз с разной отражательной способностью.

В этих приборах используется принцип линейного анализа. Получаемое в обычном вертикальном микроскопе с автоматическим передвижением предметного столика изображение структуры подаётся на детектор и экран контрольного телевизора. Детектор оценивает импульсы, соответствующие оптической отражательной способности исследуемых структурных составляющих, и с помощью ЭВМ преобразует их в выбранные измеряемые параметры микроструктуры, которые регистрируются на показывающем приборе и питающем устройстве. Контрольный экран телевизора (компьютера) служит для наблюдения микроструктуры, выбора поля и контроля результатов измерений. На экране получают изображение исследуемого участка образца. Вместо шлифов можно анализировать фотографии или негативы с помощью эпидиаскопа.

«Квантиметы»(360) отличаются высокой производительностью и простотой обслуживания, широко применяются для контроля качества металлопродукции в заводских условиях. Позволяют с высокой точностью распознавать оксидные и сульфидные включения в сталях, определять количество включений и их объёмную долю (при содержаниях до 0,01% и размерах до 1мкм)

Наиболее совершенные модели Квантиметов (720) автоматически выбирают заданные структурные составляющие, оценивают их количество, классифицируют по размерам и форме, ориентации и т.д. На них можно корректировать анализируемое изображение

(исключать дефекты приготовления шлифа и т.д)

Достаточно распространены структурные микроанализаторы «Эпиквант» (Германия). Они тоже работают на основе линейного анализа. Числовые данные получают путём автоматического механического сканирования образца при перемещении предметного столика. Анализируется одновременно 25 линий сканирования. Вдоль каждой линии получают сигналы различной амплитуды и продолжительности от различных структурных составляющих. Регистрируется каждый переход через границу зерна или межфазную границу. При-

бор даёт возможность определять содержание различных фаз, неметаллических включений, пор и т.д. В анализаторах с автоматическим столиком можно получить максимальное увеличение на экране телевизора (компьютера) до 6500, разрешающую способность 0,5 мкм, минимальное значение измеряемой площади фазы 0,005% площади линейного поля зрения. Возможен подсчёт ≈ 1220 линейных поле зрения с точностью измерения не менее 1%. Современные сканирующие телевизионные камеры с высокой разрешающей способностью позволяют разделить частицы по 30 световым оттенкам. Методы количественной оценки микроструктуры применяются не только при работе со шлифа, непосредственно наблюдаемого в микроскоп, но и при анализе микрофотографий

Электронная микроскопия

Существует естественный предел разрешающей способности светоптического микроскопа, который не позволяет видеть элементы микроструктуры меньше 1000 - 2000 Å.

Для увеличения разрешающей способности микроскопа необходимо применение излучения с более короткой длины волны. И эти коротковолновые лучи необходимо сфокусировать на исследуемый объект.

Электронная микроскопия – один из самых эффективных прямых методов исследования материалов, применяемых в современной металлографии.

Физические основы электронномикроскопического анализа заключаются в том, что параллельный пучок электронов, летящих с постоянной скоростью, взаимодействует с веществом как плоская монохроматическая волна. Длина волны электронного луча (λ) зависит от скорости летящих электронов и определяется уравнением

$$\lambda = \frac{h}{m v^2} \sqrt{1 + \frac{v^2}{c^2}}, \quad (1)$$

где h - постоянная Планка; m_0 - масса электрона;

v - скорость электрона; c – скорость света.

Для ускорения электронов используют электромагнитные поля.

Скорость электронов мала по сравнению со скоростью света, в зависимости от разности потенциалов (U), длина волны определяется уравнением

$$\lambda = \frac{12,225}{\sqrt{U}}, \quad (2)$$

где λ выражено в ангстремах (Å), а U - в вольтах.

При изменении разности потенциалов от 30 В до 100 кВ, длина волны изменяется от 2 Å до 0,05 Å.

Быстро летящие электроны, как и все электромагнитные волны, могут интерферировать и дифрагировать.

С помощью специальных электронных линз (электрических и магнитных) электронные лучи можно фокусировать. Взаимодействие электронов с веществом сопровождается их поглощением, рассеянием и отражением, что приводит к возникновению контраста в получаемом изображении.

Просвечивающая электронная микроскопия

ПЭМ работает по схеме проходящих электронных лучей в отличие от светового металлографического микроскопа, в котором изображение формируется отраженными световыми лучами. Источник света в электронном микроскопе заменен источником электронов, вместо стеклянной оптики используются электромагнитные линзы (для преломления электронных лучей). ПЭМ состоит из электронной пушки-устройства для получения пучка быстрых электронов и системы электромагнитных линз. Электронная пушка и система электромагнитных линз размещены в колонне микроскопа, в которой в процессе работы микроскопа поддерживается вакуум 10^{-2} - 10^{-3} Па.

Малая длина волны электронов предполагает, что теоретический предел разрешения электронного микроскопа очень высок, однако, практически это не реализуется из-за таких дефектов электронной оптики, как хроматическая и сферическая абберации и астигматизм линз.

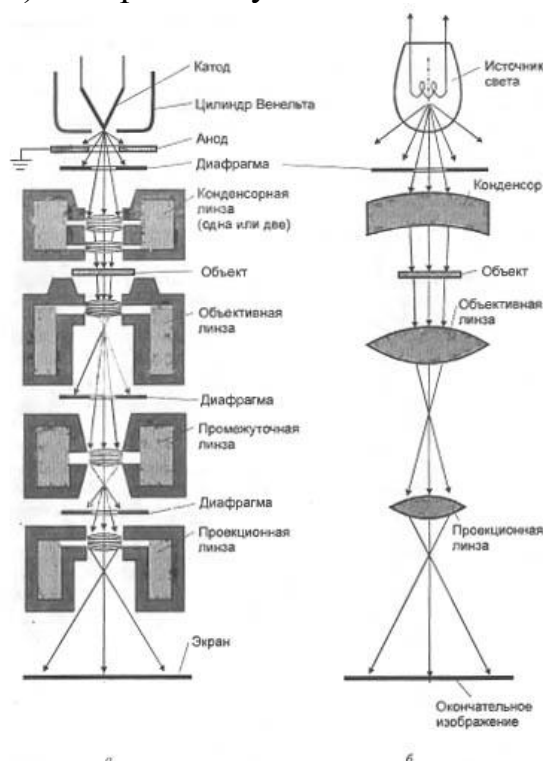
Хроматическая абберация возникает из-за различной скорости (длины волны) электронов формирующих изображение, непостоянство(во времени) фокусных расстояний электромагнитных линз, а также из-за потерь энергии электронов при прохождении объекта

Сферическая абберация возникает из-за того, что изображение формируется электронами, проходящими на разных угловых расстояниях от оптической оси линз. Возникновение астигматизма связано с нарушением магнитной или геометрической симметрии линзы. Несовершенства электронной оптики заставляют резко ограничивать апертурные углы(т.е. использовать для формирования изображения только приосевые пучки электронов). Это приводит к тому, что реальная разрешающая способность электронных микроскопов на 2-3 порядка ниже теоретической. В некоторых электронных микроскопах методом прямого разрешения удалось получить рекордное разрешение $\approx 1 \text{ \AA}$, которое позволило прямо «видеть» атомы меди и золота. Паспортное разрешение лучших микроскопов $2-10 \text{ \AA}$, однако, рабочее несколько хуже $20-30 \text{ \AA}$ и зависит от ряда факторов: типа объекта, механической устойчивости прибора, его юстировки, наличия загрязнения и т.д.

С помощью электронных микроскопов стало возможным изучение субмикроскопических выделений упрочняющих фаз, их дисперсности, формы и распределения, исследования тонкого строения (на атомном уровне) границ зёрен и их фрагментов, наблюдение деталей структуры сплавов в зависимости от легирования, термической обработки и деформации.

В электронной пушке 1 катод - раскаленная вольфрамовая нить испускает электроны, которые ускоряются на пути к аноду мощным электрическим полем, проходят через отверстие анода. Полученный узкий интенсивный пучок быстро летящих электронов вводится в систему электромагнитных линз электронного микроскопа. После фокусирования двухступенчатой электромагнитной линзой (конденсором) 2 электронные лучи, проходя через объект 3, рассеиваются и да-

лее фокусируются объективной линзой 4, формирующей первичное изображение 5 просвечиваемой 1 электронами части объекта. Объективная линза дает увеличение примерно в 100 раз. Следующая за объективной промежуточная линза перебрасывает промежуточное изображение с небольшим увеличением (обычно до 10 раз) 6 в предметную



Основные узлы просвечивающего (а) и светового (б) микроскопов

плоскость проекционной линзы 7, а проекционная линза формирует окончательное сильно увеличенное изображение (проекционная линза дает увеличение до 100 раз). Таким образом, общее увеличение электронного микроскопа может достигать 100 000 раз. В связи с тем, что обычные микрошлифы для исследования структуры металлов и сплавов с помощью просвечивающего электронного микроскопа непригодны, необходимо готовить специальные очень тонкие, прозрачные для электронов, объекты. Такими объектами являются реплики (слепки) с поверхности хорошо отполированных и протравленных микрошлифов (косвенный метод электронномикроскопических исследований металлов и сплавов) или металлические фольги, полученные путем утонения исследуемых массивных образцов (прямой метод электронномикроскопических исследований).

Реплика должна полностью воспроизводить рельеф поверхности микрошлифа. Схема воспроизведения рельефа поверхности микрошлифа репликой показана на рис. 2. Толщина реплики должна быть порядка 0,01 мкм. Реплики могут быть одноступенчатыми (слепки непосредственно с исследуемой поверхности) или двухступенчатыми (сначала получают отпечаток поверхности, на который наносят реплику, копирующую рельеф поверхности первого отпечатка). Одноступенчатые реплики готовят путем распыления вещества (углерода,

кварца, титана и других веществ) в вакуумированной испарительной камере (в ВУПе) и осаждения его на поверхность шлифа.

Для изготовления углеродных реплик на поверхность шлифа в испарительной камере напыляют уголь с угольных стержней, нагретых пропусканием тока. Пары углерода конденсируются на поверхности шлифа, и образуется тонкая углеродная пленка (реплика). Полученные путем распыления вещества реплики позволяют воспроизводить даже самые мелкие детали рельефа поверхности исследуемого образца. В качестве реплики для ряда материалов (алюминия и его сплавов, меди и др.) можно использовать оксидную пленку, которая создается на подготовленной поверхности образца путем анодирования в соответствующем растворе. Применяют также лаковые реплики, которые получают нанесением на поверхность шлифа тонкого слоя лака (4%-ного раствора коллодия в амилацетате). 2

При изготовлении двухступенчатой реплики (рис. 3,а) в качестве материала для первой ступени можно использовать, например, отмытую от фотоэмульсии фотографическую или рентгеновскую пленку. Ее размягчают в ацетоне и накладывают на исследуемую поверхность образца под некоторым давлением. После высыхания такой отпечаток осторожно механически снимают с поверхности и на полученный оттиск напыляют в вакууме определенное вещество, например, углерод. Затем подложку (фотопленку) растворяют в ацетоне, а реплику промывают и подвергают исследованию.

Наибольшую информацию о структуре металла дает прямой метод электронномикроскопического исследования, когда объектом исследования служит тонкая металлическая фольга (рис. 3,а).

Фольгу чаще всего готовят следующим образом. Из образца, подлежащего изучению, вырезают круглую заготовку диаметром 3 мм и толщиной 0,2-0,3 мм, которую затем утоняют шлифованием до 0,1-0,15 мм. Окончательное утонение пластинки осуществляют химическим или электролитическим (наиболее частый случай) полированием в подходящем реактиве (по химическому составу, температуре). Подготовленную пластинку погружают в электролит в качестве анода. Катодами служат две металлические пластинки, расположенные по обе стороны от образца (фольги). Электрополирование, при оптимальном соотношении тока и напряжения, продолжают до появления в центральной части полируемой пластинки одного или нескольких небольших отверстий (диаметром 0,2-0,8 мм). По краям таких отверстий участки фольги получаются наиболее тонкими и могут быть использованы для просмотра в электронном микроскопе.

При рассмотрении реплик и фольг под электронным микроскопом при больших увеличениях вид микроструктуры значительно изменяется. Поэтому для правильной расшифровки структуры необходимо начинать исследование с небольших увеличений, постепенно переходя к большим. Для металлофизических исследований обычно используют микроскопы с ускоряющим напряжением 100-200 кВ, позволяющие просвечивать электронными лучами объекты толщиной 0,2-0,4 мкм (предельная толщина зависит от атомной массы материала).

С увеличением ускоряющего напряжения возрастает проникающая способность электронов, что дает возможность изучать объекты большей толщины.

Широкое применение получили электронные микроскопы УЭМВ-100, ПЭМ-100, ЭМ-200 и др. Известны электронные микроскопы с ускоряющим напряжением 500, 1000, 1500 и даже 3500 кВ. Такие микроскопы позволяют изучать объекты толщиной до нескольких микрометров.

Метод просвечивающей электронной микроскопии позволяет изучать внутреннюю структуру исследуемых металлов и сплавов, в частности:

- определять тип и параметры кристаллической решетки матрицы и фаз;
- определять ориентационные соотношения между фазой и матрицей;
- изучать строение границ зерен;
- определять кристаллографическую ориентацию отдельных зерен, субзерен;
- определять углы разориентировки между зернами, субзернами;
- определять плоскости залегания дефектов кристаллического строения;
- изучать плотность и распределение дислокаций в материалах изделий;
- изучать процессы структурных и фазовых превращений в сплавах;
- изучать влияние на структуру конструкционных материалов технологических факторов (прокатки,ковки, шлифовки, сварки и т.д.).

Все перечисленные выше задачи постоянно встречаются в практической деятельности исследователей металлов и сплавов. Главной из них является задача выбора материала конструкций с заданными механическими свойствами, такими чтобы готовая конструкция смогла стабильно работать в условиях дальнейшей ее эксплуатации. Эту задачу можно решить только совместными усилиями кристаллографов, металловедов и технологов. Успех ее решения зависит:

- от правильного выбора металла основы с нужным типом кристаллической решетки (ОЦК, ГЦК, ГПУ) - это область кристаллографии;
- от легирования и термопластической обработки металла с целью формирования в нем заданной структуры - это область металловедения;
- от разработки технологических процессов изготовления конструкции- это область технологии. Задача создания сплава с заданными механическими свойствами подразумевает создание материала с нужной внутренней структурой, поскольку практически все механические свойства являются структурно-чувствительными. Все без исключения изменения свойств металлов и сплавов в глубинных или 4 поверхностных слоях это отклик на изменение их внутреннего строения на макро-, микро- и субмикро-скопическом уровнях. Изучение микротопографии поверхности и внутренней структуры конструкционных материалов является одним из наиболее эффективных приложений мощных современных и быстро развивающихся методов растровой и просвечивающей электронной микроскопии

Очень большое значение при любом методе электронномикроскопического исследования имеет изготовление микрошлифа. Это самая трудоёмкая и ответственная операция, именно она определяет успех исследования. Предпочтительным является его электролитическое или химическое полирование для удаления наклёпанного поверхностного слоя , образующегося в процессе механической

обработки. Например, при изготовлении шлифов из аустенитных сталей в процессе механической обработки может образоваться мартенсит деформации, его необходимо удалить, чтобы выявить истинную аустенитную структуру стали. Методики приготовления образцов, реактивы и режимы для электролитического и химического полирования приведены в различных справочниках

Косвенные методы используются ограниченно из-за трудности однозначно интерпретировать эффекты контраста изображения и идентифицировать результаты. Это связано с частыми деформациями реплик при её отделении от объекта

Растровая электронная микроскопия.

Растровый электронный микроскоп (РЭМ) формирует изображение объекта при сканировании его поверхности электронным зондом. Это наиболее универсальный и перспективный прибор для исследования микроструктуры металлов и многих других материалов.

В РЭМ поверхность исследуемого массивного образца облучается стабильным во времени тонкофокусированным (диаметр 5-10 нм) пучком электронов (электронным зондом). Зонд совершает или возвратно поступательные движения или развертывающиеся в растр (совокупность близкорасположенных параллельных линий, вдоль которых зонд обегает выбранный на поверхности образца участок.).

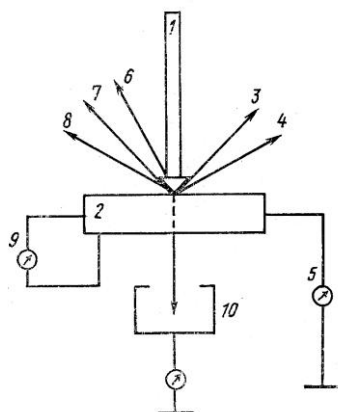
При взаимодействии зонда с веществом образца в каждой точке поверхности происходит ряд эффектов, которые регистрируются соответствующими датчиками.

Эффекты, возникающие при взаимодействии электронного пучка с веществом, используемые для формирования изображения в РЭМ.:



Типы излучений, возникающих в облучаемом электронами образце

- 1 – электронный пучок; 2- образец; 3- отражённые электроны; 4- вторичные электроны; 5- ток поглощённых электронов; 6- катодолуминесцентор; 7- рентгеновское излучение; 8- Оже – электроны; 9- наведённый ток; 10 – прошедшие электроны.



Эти эффекты служат основой для получения очень разнообразной информации о внутреннем строении исследуемых объектов. Сигналы от датчиков после усиления модулируют локальную яркость электронно-лучевой трубки (ЭЛТ). Каждой точке на поверхности образца соответствует определённая точка на экране ЭЛТ. Яркость точки определяется интенсивностью сигнала из соответствующей точки образца. Контраст на экране ЭЛТ зависит от изменения интенсивности излучения по площади сканирования.

Увеличение РЭМ определяется соотношением амплитуд развёртки луча по экрану ЭЛТ и зонда по поверхности образца.

С точки зрения фрактографии наибольший интерес представляют вторичные электроны и упругоотраженные (электроны, рассеянные в обратном направлении).



Схема детектора вторичных электронов

Относительное количество вторичных и отраженных электронов, улавливаемых детектором, регулируется напряжением смещения на детекторе. Типичный детектор вторичных электронов представлен на рисунке. Он состоит из цилиндра Фарадея (заземленного металлического экрана, полностью защищающего внутреннее пространство от посторонних электростатических влияний) с сеткой, к которой приложено напряжение смещения в интервале (+250) ... (-30) В.

Вторичные отражённые и Оже – электроны, также рентгеновское излучение генерируются в определённых объёмах внутри образца и несут различную информацию о рельефе, химическом составе и кристаллографической ориентации объёмов, прилегающих к поверхности образца. Основное требование к образцу – соответствие его размеров размерам камеры образцов, чтобы его можно было передвигать по трём осям, вращать и наклонять по отношению к электронному зонду. Это позволяет обследовать все поверхности образца, кроме той которой он приклеен к предметному столику. Перед исследованием поверхность образца должна быть тщательно очищена (ультразвуком, растворителями, осторожной механической обработкой).

При исследовании шлифов и изломов иногда полезно менять наклон образца по отношению к электронному зонду и детектору для усиления яркости и контрастности изображения..

Разрешающая способность РЭМ, в зависимости от технического исполнения, колеблется от 0,1 до 50 нм.

РЭМ занимает промежуточное положение между световыми и просвечивающими электронными микроскопами. Преимущества РЭМ:

- высокая разрешающая способность;
- большая глубина фокуса в сочетании с наглядностью изображения (во вторичных электронах) даёт возможность исследовать объекты с ярко выраженным рельефом поверхности;
- простота подготовки объектов исследования, которая обеспечивает высокую -производительность и исключает артефакты.
- простота изменения увеличений, которая обеспечивает высокую прицельность;
- возможность проведения рентгеноспектрального (химического) анализа и -като�олюминесцентного анализа, изучение магнитных и электрических микрополей, -дифракционных эффектов и т.д.;
- возможность проведения исследований в статическом и динамическом режимах, что позволяет непосредственно в РЭМ изучать процессы, протекающие при механическом нагружении металлов, нагреве, охлаждении и т.д.;
- электронно-зондовая система и поточечный принцип формирования изображения более гибкая, чем обычная оптическая и в просвечивающих электронных микроскопах, позволяет использовать микроЭВМ для автоматизации количественного анализа изображения и обработки результатов измерений.

К недостаткам РЭМ можно отнести высокую стоимость, ограниченную разрешающую способность, невозможность выявления структуры внутри образца, отсутствие цветного сигнала, необходимость помещения образца в вакуум, радиационное повреждение некоторых материалов в процессе исследования, затруднения при изучении диэлектриков (электризация, приводящая к неуправляемой эмиссии электронов).

Применение РЭМ для анализа металлов.

Металлография

Благодаря высокой разрешающей способности РЭМ целесообразно использовать для металлографического исследования сплавов обладающих дисперсными структурами. При этом чётко выявляется строение эвтектических и заэвтектидных смесей, размеры, форма и распределение частиц второй фазы и т. д.. При приготовлении образцов для РЭМ можно использовать обычные металлографические методы. Основные различия заключаются в способах травления микрошлифов Для образцов РЭМ используют только реактивы, создающие рельеф на поверхности микрошлифа.. В РЭМ успешно применяется ионное травление, обеспечивающее высокую чистоту поверхности и выявление тон-

ких деталей структуры. Ионное травление осуществляется в установках типа ВУП -2К или непосредственно в РЭМ с использованием ионов инертных газов (аргон, неон, гелий), бомбардирующих поверхность образца.

При анализе неметаллических включений используется и катодолюминесценция.

Фрактография

Это основная область применения РЭМ в металловедении. Фрактографический метод исследования предусматривает получение качественной и количественной информации о строении изломов при визуальном их рассмотрении. Именно в области фрактографии преимущества РЭМ очень заметно. Основные области применения РЭМ во фрактографии: контроль качества металлов; изучение механизма разрушения при различных видах нагружения; установление причин разрушения в процессе эксплуатации деталей.

При контроле качества изделий очень важно, кроме прочностных, пластических и энергетических параметров, определить характер разрушения и сопоставить его с эталонными шкалами изломов.

Особенность современного состояния растровой фрактографии заключается в переходе от качественного описания изломов к количественному. Наиболее часто производят измерение линейных размеров и измерение доли той или иной структурной составляющей от общей поверхности излома

Перспективные направления растровой фрактографии:

- расширение использования методов;
- повышение прицельности метода, исследование соответствующих мест на смежных частях изломов;
- автоматизация измерений с применением анализаторов изображений.

Локальный РЭМ анализ

Большие аналитические возможности РЭМ связаны с локальным химическим анализом исследуемого материала с помощью отражённых электронов, Оже –электронов и локального рентгеноспектрального анализа. Современные РЭМ позволяют проводить осциллографическую запись распределения анализируемого элемента по любой строке раstra. Для анализа лёгких элементов интересные данные получают используя Оже- электроны. При этом получают информацию о строении тонких поверхностных слоёв объекта (например сегрегации элементов у границ зёрен при межзёренном разрушении.)

Изучение кристаллографической и дислокационной структуры металла с помощью РЭМ

Такого рода исследования с помощью РЭМ возможны благодаря эффекту каналирования электронов. Эффект каналирования основан на аномальной ад-

сорбции электронов при определённых наклонах электронного зонда. При этом электроны проникают глубоко в кристалл. Используя различные углы наклона зонда к поверхности образца, можно получить картины каналирования (псевдо – Кикучи линии пересекающие светлый фон.) – сетку тёмных линий. При определённых условиях сканирования можно обнаружить дефекты кристаллической решётки и их плотность, отличить более искажённые фасетки внутризёренного скола от менее искажённых фасеток межзёренного разрушения, выявить границы пластически деформированной зоны вблизи вершины трещины, вдавливания индентора и т.д.

Рентгеноструктурный анализ

Основы физики рентгеновских лучей, их получение

После открытия Конрадом Рентгеном в 1895 г. лучей с большой проникающей способностью, которые в его честь называли рентгеновскими лучами(X – лучами), они нашли широкое применение в различных областях науки ,медицины и техники. В медицине для выявления внутренних изменений человеческого организма.;

в промышленности – для выявления внутренних дефектов изделий, определения и изучения кристаллической структуры различных материалов.

В1912. Лауэ доказал, что рентгеновские лучи это коротковолновые электромагнитные волны. Длина волны рентгеновских лучей соизмерима с размером атомов.

Таким образом, появилась возможность применять рентгеновские лучи для структурного и спектрального анализа материалов.

Рентгеноструктурный анализ основан на получении и расшифровки дифракционной картины, возникающей в результате интерференции рентгеновских лучей, рассеянных электронами атомов облучаемого объекта.

Рентгеновские лучи возникают, когда поток быстро летящих в вакууме электронов встречает на своём пути материальное тело и резко тормозится.

При торможении большая часть энергии электронов переходит в тепло($\approx 99\%$), а оставшаяся, возбуждая атомы материала , в энергию рентгеновских лучей.

Все эти процессы осуществляются в специальных вакуумных приборах (рентгеновских трубках). Трубка является источником рентгеновских лучей. Для возбуждения рентгеновского излучения в трубке должно быть обеспечено:

- получение свободных электронов;
- сообщение свободным электронам большой кинетической энергии(от нескольких тысяч эВ до $1 \dots 2$ Мэ ;

Основным типом трубок применяемых для просвечивания и рентгеноструктурного анализа материалов, являются запаянные электронные трубки. Трубка представляет собой стеклянный баллон, в который введены два элек-

трода: катод в виде накаливаемой проволоочной вольфрамовой спирали и анод – в виде массивной медной трубки. В торце анода находится «зеркало» (пластинка металла излучение от которого получают). В баллоне, при изготовлении трубки создаётся высокий вакуум ($10^{-3} \dots 10^{-5}$ Па), обеспечивающий свободное движение электронов от катода к аноду

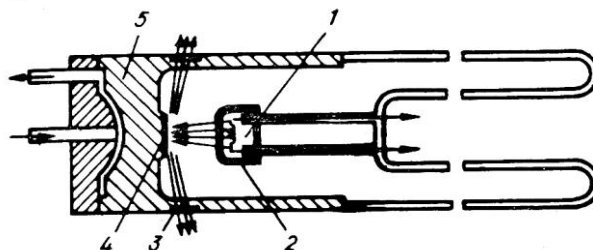


Схема запаянной электронной рентгеновской трубки БСВ для структурного анализа:

1 – катод; 2 – фокусирующий колпачок; 3 – окна для выпуска рентгеновских лучей; 4 – анод; 5 – защитный цилиндр.

Вольфрамовая спираль, разогретая током накала до $\approx 2200^\circ\text{C}$, испускает электроны. Электроны под воздействием высоко до 75 кВ напряжения, приложенного к полюсам трубки с большой скоростью устремляются к аноду и ударяясь о «зеркало» анода резко тормозятся.. Зеркало анода сильно разогревается при этом. Массивный медный анод служит для отвода тепла. Перегрев анода за счёт выделяющегося тепла может вызвать нарушение вакуума, интенсивное распыление и даже расплавление анода. Чтобы это не случилось, анод охлаждают проточной водой.

Важнейшей характеристикой трубки является ее предельная мощность: $P=UI$, где U – максимальное высокое напряжение; I – ток трубки. Превышение предельной мощности недопустимо, так как это вызовет перегрев анода. Примерно 1% кинетической энергии электронов превращается в энергию электромагнитных колебаний атомов анода (рентгеновские лучи). Длина волны рентгеновских лучей зависит от материала зеркала анода. Трубка для структурного анализа испускают относительно длинноволновые (мягкие) лучи с длиной волны 0,1 нм и более. Для выпуска рентгеновских лучей из трубок в их баллоны впаяны специальные окна из металлического бериллия или из сплава гетан.

Принцип работы и устройство рентгеновского аппарата

В рентгеновском аппарате должно быть обеспечено; питание рентгеновской трубки электроэнергией с малой силой тока (до нескольких десятков миллиампер) и с высоким напряжением (до 50–75 кВ), которые можно регулировать;

- питание катода и выпрямляющих то устройств;
- регистрация дифрагированного излучения а) на фотопленку, помещаемую в специальную рентгеновскую камеру, б) с помощью детектора рентгеновского излучения- сцинтилляционного или пропорционального счётчика.

Основные узлы рентгеновского аппарата:

- 1) Источник питания рентгеновской трубки;
- 2) Рентгеновская трубка;
- 3) Система регистрации дифракционной картины

Исходя из способа регистрации различают аппараты двух типов:

-1) для фотометодов (с использованием специальных камер для съёмки образцов регистрацией отражённого излучения на рентгеновскую плёнку (метод Лауэ, метод Дебая Шеррера и др.).

-2) для ионизационной регистрации -дифрактометры типа ДРОН.

При работе фотометодом используют специальные камеры для съёмки образцов : РКД, РКОП РКУ- 114, КРОС . Именно с фотометодов начал развиваться рентгеновский анализ. Основное достоинство фотометодов заключается в том, что они дают возможность получения полной дифракционной картины, на которой присутствуют отражения от всех семейств кристаллографических плоскостей. Это необходимо для расшифровки структур неизвестных материалов. К недостаткам фотометодов относится длительность экспозиции при съёмке рентгенограмм, Сложность проведения точного количественного и других видов анализа, требующих фотометрирования, для определения интенсивности., дополнительная работа при обработке рентгенограммы(проявка, закрепление) высушивание и т.д. Все дополнительные операции снижают точность анализа (плёнка при высушивании деформируется, при фотометрировании вносятся субъективные ошибки).

В настоящее время для проведения прикладного структурного анализа в основном пользуются дифрактометрами. Дифрактограмму при этом получают непосредственно на ленте самопишущего прибора, можно вести поточечную съёмку профиля дифракционной линии. Всё это существенно повышает точность определения интенсивности, углового положения рефлекса и облегчает методику проведения анализа.

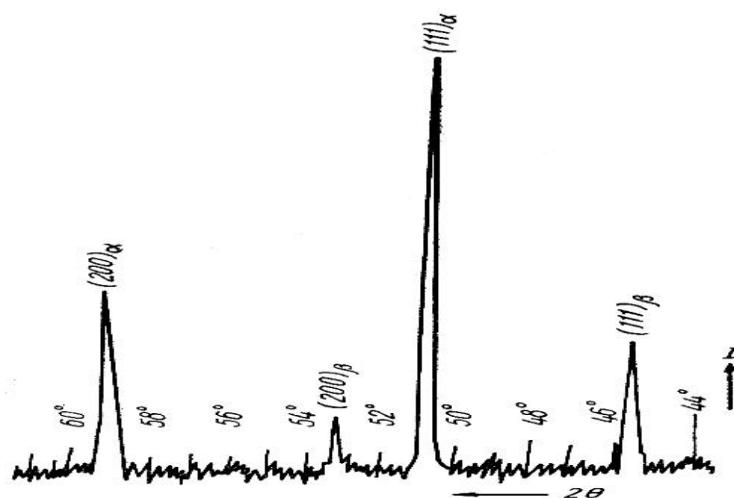
Свойства рентгеновских лучей

- лучи невидимы;
- распространяются только прямолинейно;
- преломляются, поляризуются и дифрагируют, как и видимый свет;
- производят фотографическое действие (засвечивают фотопластинку);
- ионизируют газы;
- вызывают люминесцентное свечение многих веществ;
- оказывают неблагоприятное воздействие на биологические объекты.

Длины волн рентгеновских лучей λ находятся в интервале от 10^{-4} до 10^3 \AA .

Условно рентгеновское излучение делят на длинноволновое(мягкое) которое поглощается или рассеивается веществом и коротковолновое (жёсткое) – проникающее через вещество полностью или частично. Чем короче длина волны (больше порядковый номер элемента анода) тем больше проникающая способность рентгеновских лучей.

При взаимодействии с атомами кристалла рентгеновские лучи рассеиваются, дифрагируют, интерферируют (при определённых условиях) и образуют дифракционную картину.



Характеристиками рентгеновского излучения являются длины волн, из которого оно состоит, и их интенсивность. Дифракционная картина содержит информацию о размерах элементарной ячейки и расположении в ней атомов. По величине отклонения межатомных расстояний от равновесных значений можно определить величину однородных упругих деформаций кристаллической решётки.

Основные задачи рентгеноструктурного анализа

Рентгеноструктурный анализ получил очень широкое применение, с его помощью можно решить большое количество проблем, помогающих разрабатывать рациональные технологические режимы обработки материалов и более глубоко изучать процессы, происходящие в материалах при воздействии различных (механических, термических и т.д.) внешних факторов.

Основной задачей рентгеноструктурного анализа является определение кристаллической структуры вещества.

Прикладной рентгеноструктурный анализ, которым мы и будем заниматься, подразумевает определение качественного и количественного состава исследуемого вещества (в частности металла), определения нарушений кристаллического строения в реальных веществах (дисперсности и размера и формы областей когерентного рассеяния, блочного строения кристаллитов, плотности дислокаций, дефектов упаковки и т.д.). Для физического материаловедения изучение дефектов кристаллического строения (например, определение плотности дислокаций представляет) представляет очень большой интерес. Так как именно присутствие в структуре дефектов определённого количества дефектов объясняет многие свойства материалов.

Достоинством рентгеновских методов является возможность определения в образце практически любой кристаллической фазы. Чувствительность метода оп-

ределяется индивидуальными особенностями фазы. Фазовый состав материалов можно проверять в процессе его получения, эксплуатации, после различных видов обработки (механической, термической, химико-термической и т.д.). Методы рентгеноструктурного анализа используются для решения многих задач физики твёрдого тела. При исследовании структуры металлов чаще всего пользуются характеристическим рентгеновским излучением. Зеркала анодов трубок обычно изготовлены из тугоплавких металлов Cr, Fe, Co, Ni Mo.

Методы дифрактометрического рентгеноструктурного анализа

Качественный рентгеноструктурный анализ

Рентгеноструктурные методы являются важнейшими фундаментальными методов установления и исследования кристаллической структуры различных материалов. Действительно массовыми они стали благодаря использованию дифрактометров.

Рентгеноструктурный дифрактометрический анализ является прямым анализом и характеризуется высокой достоверностью результатов, экспрессностью и относительной дешевизной. Не требует большого количества материала для исследования, образец (деталь) в процессе исследования не разрушается.

Целью качественного рентгеновского фазового анализа является идентификация вещества (отдельно или в смеси) по набору его межплоскостных расстояний (d). Области применения качественного фазового анализа разнообразны и для научно-исследовательских работ, и для контроля качества материалов.

Достоинством рентгеновских методов является возможность определения в образце практически любой кристаллической фазы. Чувствительность метода определяется индивидуальными особенностями фазы. Обычно она удовлетворительна и составляет 1-3%, иногда достигает 0,1%.

Фазовый состав материалов можно проверять в процессе его получения, эксплуатации, после различных видов обработки (механической, термической, химико-термической и т.д.)

Рентгенодифракционные методы качественного анализа обладают, по сравнению с другими, большими возможностями автоматизации.

Идентификация однофазных веществ по данным о межплоскостных расстояниях

Определение фазы (идентификация материала) – одна из основных задач рентгеноструктурного анализа.

Каждое кристаллическое вещество обладает присущей только ему кристаллической решёткой и характеризуется присущим только ему набором дифракционных линий на дифрактограмме

Каждой дифракционной линии соответствует определённое значение d/n , где d - межплоскостное расстояние серии отражающих плоскостей, n - порядок отражения.

Определив местоположение линий на рентгенограмме (угол 2θ) и зная длину волны излучения (λ), по формуле Вульфа – Брэггов

$$d/n = \lambda / 2\sin\theta \quad (1)$$

можно определить значения межплоскостных расстояний. С целью сокращения времени на расчёты для определения d/n , в зависимости от угла θ , можно воспользоваться специальными таблицами ..

Зная межплоскостные расстояния, можно определить параметры кристаллической решётки. Для этого, проанализировав расположение линий на дифрактограмме с помощью схемы, определяют кристаллическую структуру и индексы (hkl) каждой линии.

Потом по квадратичным формам определяют параметры кристаллической решётки. При идентификации вещества (фазы), кроме значений межплоскостных расстояний, большое значение имеют относительные интенсивности линий, которые в первую очередь зависят от кристаллической структуры фазы. Наиболее интенсивными будут отражения от семейств плотноупакованных атомных плоскостей.

Значения межплоскостных расстояний, относительных интенсивностей и индексы (hkl) кристаллографических плоскостей для изученных веществ и соединений есть в специальных справочниках.

Экспериментальные результаты сравнивают со справочными и определяют исследуемое вещество.

Для доказательства присутствия той или иной фазы необходимо зарегистрировать несколько наиболее интенсивных отражений фазы (не менее трёх линий) Данные для идентификации фаз находятся в справочниках и международной картотеке ASTM. Для наиболее точной идентификации фазы необходимо иметь хорошо отъюстированный прибор, и с большой точностью определить угол отражения и интенсивность дифракционного рефлекса.

Количественный рентгеноструктурный анализ

Если для качественного фазового анализа главным условием является точность определения межплоскостных расстояний, то в случае количественного анализа смеси после решения задачи качественного анализа требуются более точные измерения интенсивностей линий, особенно для фазы, количество которой мало. Ясно, что чем меньше объёмная доля фазы, тем менее интенсивными будут её линии на рентгенограмме..

Для однозначной идентификации фазы необходимо иметь не менее трёх интенсивных линий.

Для идентификации фаз, присутствующих в сплавах в малых количествах, часто используют методы химического или электролитического растворения и соответствующей обработки осадка. При проведении количественного рентгеноструктурного анализа прибегают к построению градуировочных кривых по результатам анализа образцов с известным количеством фаз.

Существуют различные методы количественного анализа:

- метод подмешивания – основан на сопоставлении интенсивностей линий исследуемой фазы и эталонного вещества, добавленного в смесь в известном количестве;

- метод наложения – состоит в сравнении абсолютных интенсивностей линий исследуемой фазы с линиями, полученными от фаз в свободном состоянии (не в смеси);

- метод независимого эталона разработан Тамари и Секито для определения количества остаточного аустенита. Этот метод целесообразно применять для монолитных образцов – применяется для исследования порошкообразных фаз;

- безэталонный метод – применяется для исследования порошкообразных фаз в свободном состоянии, для определения количества фаз строят градуировочную кривую;

- безэталонный метод гомологических пар – применяют для определения в сталях количества аустенита остаточного, сравнивая интенсивности специально выбранных линий обеих фаз. Находят линии равной интенсивности и по специальным шкалам гомологических пар линий определяют количество остаточного аустенита. Этот метод достаточно экспрессен, его чувствительность, однако не превышает 4% аустенита, погрешность метода 5%

Применение рентгеноструктурного анализа в физическом металловедении

Помимо количественного и качественного фазового структурного рентгеновского анализа в физическом металловедении широкое приобрели рентгеновские методы анализа структуры стали и других металлов и сплавов при построении диаграмм состояний, анализа структурного состояния после различных видов термической, механической, химико-термической и других обработок.

Рентгеноструктурный анализ стали после термической обработки.

Эксплуатационные свойства деталей машин, конструкций и инструмента из сталей формируются в процессе термической обработки. Часто стали подвергают термообработке, заключающейся в закалке и последующем отпуске. В основе закалки лежит аустенитно-мартенситное превращение

При высоком содержании углерода в структуре закалённой стали сохраняется значительное (до 25%) количество остаточного аустенита (А ост.).

Одной из главных задач следующего после закалки отпуска сталей является более полное превращение остаточного аустенита в мартенсит (той же цели служит и обработка стали холодом).

Определение количества остаточного аустенита, и определение содержания углерода в мартенсите— важные этапы в разработке технологии термической обработки

Наиболее предпочтительным и достоверным в этом случае является метод рентгеноструктурного дифрактометрического анализа.

Задача определения количества А ост.— частный случай количественного фазового рентгеновского анализа. Важным, для выбора методики и выполнения необходимых экспериментов и расчётов, является знание точного теоретического углового положения на рентгенограмме дифракционных максимумов фазы и их индексы.

При проведении исследования применяют метод сопоставления теоретических интенсивностей с экспериментальными. Главным условием при выборе сравниваемых линий является отсутствие их перекрытия или наложения на другие линии.

Рентгеноструктурное определение количества остаточного аустенита в отличие от магнитного и металлографического даёт возможность определять его в слое определённой толщины образца (детали) произвольной формы, при магнитном методе определяют среднее содержание аустенита во всём объёме, специально подготовленного образца, а при металлографическом исследуют только поверхность. При рентгеновском методе исследования дополнительно определяется содержание углерода в аустените. Это имеет большое значение для выбора и корректировки режимов закалки, обезуглероживания поверхностного слоя и при анализе результатов химико- термической обработки.

Определение содержания углерода в мартенсите основано на зависимости периодов его решётки от содержания углерода. В любом методе исследования важно как можно более точно определить угол отражения дифракционного максимума и параметр кристаллической. (Более подробно вы познакомитесь с этими методами анализа при выполнении лабораторной работы)

Рентгеноструктурный анализ искажений кристаллической решётки

Искажения решётки, возникающие в структуре после механического, термического и других видов воздействия, вызывают появление неоднородных упругих деформаций и уменьшение областей когерентного рассеяния. Это приводит к уширению углового интервала отражения, смещению рентгеновских максимумов, изменению относительных интенсивностей линий дифрактограммы, по сравнению с дифрактограммами полученными от образцов, находящихся в равновесном состоянии.

Анализ всех этих изменений позволяет получить данные о структуре деформированного материала. Очень важным при этом является как можно более

точное определение истинной ширины и истинного физического уширения рентгеновских линий, учесть все погрешности съёмки. Этому добиваются использованием эталонов и применением современной вычислительной техники при обработке результатов. Аномальное изменение интенсивностей рентгеновских линий позволяет качественно и количественно судить о степени текстуры, возникающей в процессе обработки.

В последнее время, с развитием теории дислокаций, стало ясно, что деформации решётки создающие рентгеновский эффект наличия микронапряжений (размытые линии) связаны с упругими полями взаимодействия дислокаций.

Поэтому в настоящее время правильным считается определять микродеформацию решётки, имея в виду поле упругих деформаций от дислокаций, или выражать эту характеристику через плотность дислокаций. Рентгенографические данные о характеристиках тонкой структуры позволяют рассчитывать плотность дислокаций ρ , т.е. *число линий дислокаций проходящих через единицу площади*.

Рентгеновский метод определения зональных напряжений и плотности дислокаций выгодно отличается ото всех остальных, прежде всего тем, что он относится к числу неразрушающих.

Электронографии и нейтронографии.

Для структурного анализа, кроме дифракции рентгеновских лучей, используют также дифракцию электронов и нейтронов электроно- и нейтронографические. Методы структурного анализа позволяют получить такие сведения о структуре металлических сплавов, которые не даёт рентгеноструктурный анализ. Рентгеновские лучи рассеиваются только электронами атомов, электроны рассеиваются электрическими полями электронов атомов и атомных ядер, а нейтроны, не имеющие электрического заряда, рассеиваются только под действием ядерных сил. В парамагнитных и ферромагнитных кристаллах нейтроны взаимодействуют также с магнитными полями атомов, т.к. они обладают магнитным моментом.

Электронография (физические основы)

Движущиеся электроны обладают волновыми свойствами, они способны дифрагировать и интерферировать, также как и любые электромагнитные волны.

Электронографический анализ основан на том, что параллельный пучок электронов, летящих с постоянной скоростью, взаимодействует с веществом как плоская монохроматическая волна. Длина волны электронного луча (λ) зависит от скорости летящих электронов и определяется уравнением

$$\lambda = \frac{h}{m v} \sqrt{1 + \frac{v^2}{c^2}}, \quad (1)$$

где h - постоянная Планка; m_0 - масса электрона;

v - скорость электрона; c - скорость света.

Для ускорения электронов используют электрические поля.

Если скорость электронов мала по сравнению со скоростью света, то, в зависимости от разности потенциалов (U), без учёта релятивистской поправки, длина волны определяется уравнением

$$\lambda = \frac{12,225}{\sqrt{U}}, \quad (2)$$

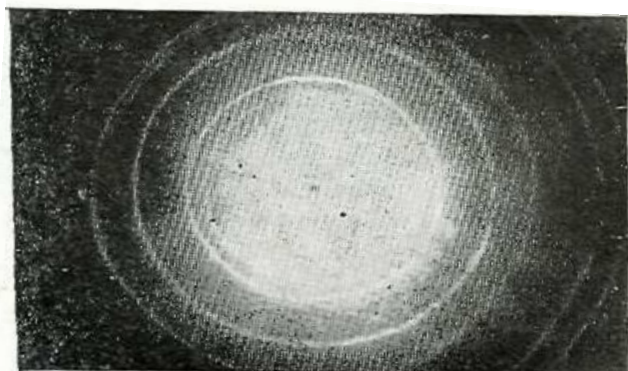
где λ выражено в ангстремах (\AA), а U - в вольтах.

При изменении разности потенциалов от 30В до 100кВ, длина волны изменяется от 2\AA до $0,05 \text{\AA}$.

Взаимодействуя с кристаллическими веществами, электронные волны испытывают дифракционное рассеивание (подобно рентгеновским лучам).

Методы электронографии обычно применяют для структурного анализа очень тонких плёнок ($\approx 0,01 \text{ мкм}$) и порошков, а также поверхностных слоёв массивных образцов.

Картину электронной дифракции изучают по электронограммам, полученным на фотопластинках в специальных высоковакуумных приборах - электронографах. Можно получить электронограммы и в любом современном электронном микроскопе.



Электронограмма

В современных электронных микроскопах имеется возможность получения дифракционных картин с участков объекта около 1 мкм (электронная микродифракция).

Чаще всего задачи электронографии аналогичны задачам рентгеноструктурного анализа: определение кристаллической структуры, периода кристаллической решётки, качественного и количественного фазового анализа.

Принципиальная оптическая схема электронографа практически такая же как и у электронного микроскопа, несколько изменена только схема фокусировки пучка электронов (более подробно в лабораторной работе). Электронные волны малой длины волны используют для определения структуры высокодисперсных фаз, на рентгенограммах которых линии размываются настолько, что их невозможно промерить. Взаимодействуя с кристаллическими веществами, электронные волны испытывают дифракционное рассеивание (подобно рентгеновским лучам).

Существует два метода работы при проведении электронографического анализа:

«на просвет» и на «на отражение».

При проведении электронографических исследований большие требования предъявляются к чистоте исследуемой поверхности, поэтому образцы обычно предварительно подвергают механической или электромеханической полировке, затем травлению химическими реагентами. Травление способствует созданию более грубой поверхности с маленькими выступами, проникая через которые, электроны и создают дифракционную картину (дифракция «на просвет» тонких выступов).

Очень часто исследуемые образцы изготавливают в виде тонких плёнок, которые исследуются на просвет. Электронограммы в этом случае получаются более чёткими и расшифровка их более проста. Исследуемые плёнки должны быть очень тонкими $\approx 10^{-7}$ см.

Существует несколько методов получения таких плёнок:

Существует несколько методов получения таких плёнок:

- травление металлической фольги;
- нанесение вещества в парообразном состоянии на какую – либо подкладку, которую можно удалить последующим растворением.

Металлографические шлифы для исследования «на отражение» готовят обычным способом, но с соблюдением особых предосторожностей, не допускающих загрязнения поверхности или искажения структуры поверхностного слоя. Для снятия жировых, окисных, гидроксидных плёнок и прочих загрязнений применяют электролитическую полировку и промывку в различных средах.

При исследовании двухфазных и многофазных образцов следует подбирать режимы травления так, чтобы исследуемая фаза растворялась в меньшей степени и после травления давала выступы (или скопление частиц в виде осадка) на поверхности шлифа.

Качественный фазовый электронографический анализ

Качественный фазовый анализ проводят сравнением измеренных межплоскостных расстояний с межплоскостными расстояниями, взятыми из справочников.

Уточнение результатов определения структуры проводят, анализируя интенсивность дифракционной картины. Интенсивности рефлексов на электронограмме определяют обычно измерением почернения на негативе. Для объективной регистрации интенсивности используют специальные приборы – микрофотометры. В ряде случаев при фазовом анализе простых структур можно ограничиться визуальной оценкой интенсивности, используя девятибалльную шкалу.

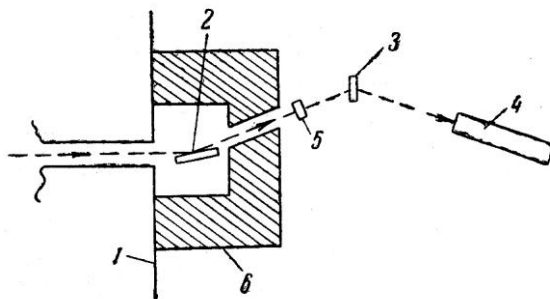
Нейтронография

Источником тепловых нейтронов являются ядерные реакторы.

Развитие ядерных реакторов даёт возможность получать интенсивные пучки нейтронов, которые обладают энергиями, эквивалентными длинам волн ≈ 1 Å, поэтому их тоже можно использовать для исследования атомной структуры вещества. Характер рассеяния нейтронов веществом очень отличается от рассеяния рентгеновских лучей. Рентгеновские лучи рассеиваются только электронами атомов,

Нейтроны практически с электронами не взаимодействуют и рассеиваются только ядром. Лёгкие атомы рассеивают нейтроны также хорошо, как и тяжёлые. Отдельные изотопы одного и того же элемента могут значительно отличаться по рассеивающей способности. Волны нейтронов можно использовать для определения положения атомов в кристаллической решётке вещества, имеющего очень небольшой атомный номер (подобно водороду), а также для определения структуры металлов, имеющих очень близкие атомные номера. В таких случаях рентгеновское и нейтронографическое исследования хорошо дополняют друг друга.

Нейтронография применяется при определении магнитных структур. Нейтроны, благодаря наличию собственных магнитных моментов, могут взаимодействовать с магнитными моментами атомов, что влияет на дифракционную картину. Кроме этого нужно отметить то, что нейтроны имеют очень высокую проникающую способность, иногда это является очень важным обстоятельством. (принципиальная схема нейтронного дифракционного спектрометра)



Узкий пучок нейтронов, выходящий из ядерного котла 1, попадает на монокристаллический монохроматор 2, изготовленный из меди или из свинца и установленный под определённым углом, обеспечивающим получение необходимой длины волны. Монохроматический пучок попадает через контрольный счётчик 5 на исследуемый образец 3. Интенсивность рассеянного излучения определяется счётчиком нейтронов 4.

Спектральный анализ материалов

Оптическая спектроскопия (физические основы)

Наряду с определением атомной кристаллической структуры и фазового состава материала для его полной характеристики обязательным является определение его химического состава. Эти вопросы успешно решаются с использованием методов спектрального анализа.

Вещество, приведённое в состояние свечения, даёт ценную информацию о своём составе, излучая характеристическое излучение.

В частности, металл, нагретый до высокой температуры, переводящей его в парообразное состояние, даёт свойственное только ему свечение. Например, светящиеся пары атомов натрия излучают жёлтый свет, меди – зелёный, лития красный и т.д. Зная это даже по окраске свечения уже можно судить о веществе, входящего в состав анализируемого материала. Однако, излучение воспринимаемое невооружённым глазом, не всегда позволяет оценить состав светящихся паров.

Для этого существует целый ряд приборов (стилоскопы, стилометры, спектрографы и др.), которые разлагают свет по длинам волн. В этом случае излучение можно наблюдать в виде спектра, т.е. в виде совокупности светящихся линий разных цветов. По наличию определённых спектральных линий можно судить о составе излучающих паров (о химическом составе исследуемого вещества). Это и есть спектральный анализ.

В основе спектрального анализа лежит излучение (эмиссионный анализ) или поглощение (адсорбционный анализ) анализируемым веществом, при возбуждении его атомов определённого спектра излучения. Для металлов, так как они непрозрачны для видимого света, применяют эмиссионные методы.

Известно, что происхождение спектров излучения в видимой и ультрафиолетовой областях обусловлено переходами электронов во внешних электронных оболочках атомов. Такие переходы возникают при наличии достаточной энергии. Длины волн большей части испущенного излучения лежат в диапазоне 1000-10 000 Å.

В установках для эмиссионного спектрального анализа происходит электрическое возбуждение атомов, с помощью электрической дуги или искры. В результате таких разрядов анализируемый материал испаряется, происходит возбуждение атомов и испускается световое излучение, характеризующее эти атомы.

Излучение разлагается призмой или дифракционной решёткой на отдельные спектральные линии, которые объединяются в спектральные серии. Эти линии располагаются на приёмной фотопластинке или фотоплёнке в порядке следования длин волн.



Поскольку соотношение между концентрацией элемента в исследуемом материале и интенсивностью спектра его излучения неизвестно, это соотношение необходимо находить эмпирическим путём сопоставления с предварительно построенной калибровочной кривой. Калибровочная кривая строится по результатам аналогичного возбуждения стандартных образцов с известным химическим составом. Наличие в лаборатории спектрального анализа калибровочной кривой обязательно

Для каждого элемента характерными являются столько спектров, сколько электронов имеет атом. Различают следующие спектры:

- дуговой- спектр излучения нейтрального (неионизированного атома) атома;
- первый искровой – спектр излучения однократно ионизированных атомов;

- второй искровой – спектр излучения двукратно ионизированных атомов.. Обозначаются спектры соответственно римскими цифрами 1, 11, 111, которые ставятся после символа элемента. Например ,Fe 1 2929,008 - дуговая линия, Fe 11 2926,587 – искровая линия.

Важными параметрами, характеризующими атомные спектры, являются потенциалы возбуждения атома - энергией(в электронвольтах), которую необходимо передать атому для перевода его из основного состояния на более высокий энергетический уровень. Именно эта энергия обеспечивает генерацию излучения. Потенциал ионизации – это энергия ,необходимая для отрыва электрона от нейтрального атома. В результате регистрируется дуговой спектр.

Сообщив атому большую энергию, можно вызвать спектр испускания ионизированного атома – первый искровой. Ещё большая энергия приведёт к генерации спектра испускания двукратноионизированного атома - второй искровой спектр.

Приборы для спектрального анализа

Проводят оптический спектральный анализ на приборах, которые называются – спектрографы.

распространены призмённые спектрографы, которые классифицируют в зависимости от величины их дисперсии:

-приборы со средней дисперсией охватывают спектральный диапазон 2000- 10 000Å. Спектр регистрируется на стеклянных фотопластинках. Оптика прибора, определяющая его дисперсию, состоит из 60 – градусной кварцевой призмы Корню и кварцевой линзы, дающей плоское изображение спектра. Дисперсия прибора позволяет анализировать лишь элементы с относительно простыми спектрами. Область применения таких спектрографов ограничивается исследованиями цветных металлов и сплавов.;

- приборы с высокой дисперсией имеют спектральный диапазон 2000-8000Å , который перекрывается по частям Полностью автоматизированные кварцевые спектрографы предназначены для разрешения сложных спектров, таких как спектры чугунов, легированных сталей, никеля ,хрома, кобальта, вольфрама ,минералов, руд, редкоземельных металлов и т.д.

Оптикоспектральный анализ проводят, также на стилоскопах (наиболее распространённые СЛ-10, СЛ -11). Это тоже оптические приборы, имеющие автоколлимационную оптическую систему.

Стилоскоп СЛ-11

Прибор снабжён двумя сменными окулярами 23,5^x и 20^x . При более низком увеличении увеличивается поле зрения , что особенно ценно при наблюдении спектров бедных линиями. Стилоскоп очень удобен для проведения полуколичественного анализа сплавов..

Кроме стационарных существуют переносные стилоскопы (СЛП-1, СЛП-2, СЛП-3)

Основные методы оптического спектрального анализа.

С помощью эмиссионной спектроскопии решают три типа аналитических задач.:
-качественный анализ материалов (установление присутствия или отсутствия определённой спектральной линии);
- полуколичественный анализ (приближённая оценка относительной интенсивности двух спектральных линий визуально, без применения приборов);
- количественный анализ (фотометрирование спектральной линии, с определением плотности почернения на фотоплёнке).).

Качественный оптикоспектральный анализ.

Главная задача качественного анализа – установление принадлежности спектральных линий тому или иному элементу, т.е. отыскание длин волн этих линий

При проведении качественного анализа достаточно проводить возбуждение атомов образца в дуге постоянного тока с соответствующей данному типу образца электродной системой., а затем изучить спектр. Правильным отождествлением спектра элемента, входящего в анализируемый материал, может быть осуществлено как минимум по трём линиям элемента.. Число линий и плотность их почернения указывают на то, присутствует элемент в пробе в виде следов, мала его концентрация или велика.

Во всех вариантах качественного анализа необходимо сопоставлять исследуемые спектры со стандартными. Чаще всего качественный оптикоспектральный анализ производят по фотографиям ультрафиолетовой или видимой области спектра. Само появление линии при определённых условиях наблюдения уже может служить приблизительным указанием концентрации примеси.

Полуколичественный оптикоспектральный анализ. (приближённый количественный анализ)

Методика проведения полуколичественного анализа сложнее и требует более совершенной аппаратуры. Условия съёмок спектров (технология приготовления образцов, величина межэлектродного промежутка, плотность тока, длительность его протекания) должны тщательно контролироваться. Спектры эталонных образцов фотографируют на той же фотопластинке.

Количественный оптикоспектральный анализ.

При проведении количественного анализа широко применяется метод внутреннего стандарта. Однако визуальное сравнение почернения пар линий заменяется микрофотометрическим измерением плотностей почернения.

Источники ошибок при проведении оптикоспектрального анализа.

1. Образец - должен быть однороден по составу и точно передавать свойства исследуемого материала. Оптикоспектральный анализ в применении к исследованию металлов и сплавов представляет собой по существу микроанализ, так как искра воздействует лишь локально на малый микрообъём материала у поверхности образца. Металлургическая предыстория образца может сильно влиять на результаты анализа(например, при исследовании сплавов на основе алюминия , подвергнутых термической обработке, нельзя пользоваться эталонами изготовленными литьём и т.д.

2. Загрязнения – в металлы и сплавы могут поступать в процессе приготовления образцов из шлифовальных кругов, напильников, абразивных дисков.

Незначительное загрязнение материалов электродов(особенно в рафите и углероде) может привести к ошибочным результатам.

3. Состояние образца – окисление поверхности. .Приступая к работе поверхность желательно заново обработать.

4. Переналожение линий - необходимо следить затем, чтобы не было не линий разных элементов с одинаковой или близкими длинами волн.

5 Фотометрия - ошибки гальванометра, флуктуации яркости лампы, локальные электромагнитные поля и т.д.

6. Нельзя анализировать очень тонкие детали(проволоку, тонкий лист, фольгу), которые сгорают в дуге и тем самым искажают результаты определений.

В производстве наиболее широкое распространение получил полуколичественный оптикоспектральный анализ на стилоскопе (С-11) Этот метод позволяет быстро, надёжно, с достаточной точностью анализировать металлические сплавы и другие материалы по их спектрам излучения.

Наблюдение спектра при анализе не представляет больших затруднений, занимает при анализе на 5-6 элементов не более 2-3- минут. Стилоскоп применяется для экспрессного анализа в самых разнообразных звеньях технологического процесса. В окуляр стилоскопа можно рассмотреть весь видимый спектр) от красной области до фиолетовой (каждый охотник желает знать, где сидит фазан – это спектр). Всегда необходимо добиваться максимальной резкости спектральных линий.

Таким образом, одним из главнейших этапов полуколичественного оптикоспектрального анализа является установление принадлежности спектральных линий тому или иному элементу, После этого оценивают процентное содержание данного элемента, сравнивая интенсивности экспериментальных линий с интенсивностями линий стандарта.

При проведении анализа испытуемый образец является одним из электродов, другим электродом служит медный или железный диск, угольный стержень, графитовый стержень.

Рентгеноспектральный анализ материалов (физические основы)

Характеристический спектр рентгеновского излучения, испускаемого атомами образца, можно использовать для определения его элементного состава. Современные приборы для рентгеноспектрального анализа позволяют определить

элементный состав пробы в течение нескольких минут, что значительно быстрее, чем при использовании химических методов.

Это необходимо при изучении дендритной ликвации, микросегрегации, диффузии, идентификации включений и фазовых составляющих в сплавах.

Для определения элементного состава можно использовать анализ спектра рентгеновского излучения пробы, помещённой на анод рентгеновской трубки-эмиссионный метод, или анализируя спектр вторичного(флуоресцентного) рентгеновского излучения пробы, подвергнутой облучению жёсткими рентгеновскими лучами –флуоресцентный метод.

Более широкое применение имеет флуоресцентный метод. Недостатками эмиссионного метода является необходимость помещать пробу на анод рентгеновской трубки, последующей откачкой её вакуумными насосами, непригодность метода для легкоплавких и летучих веществ и то, что даже тугоплавкие вещества, помещённые на анод под действием бомбардировки электронами разрушаются. Флуоресцентный метод от этих недостатков свободен. Преимуществом его является также отсутствие тормозного излучения, это способствует повышению чувствительности анализа..

Метод флуоресцентного рентгеноспектрального анализа основан на проникновении в анализируемый объект жёсткого рентгеновского излучения (от рентгеновской трубки), проникающего в слой толщиной порядка нескольких микрон. При этом в облучаемом объекте возникает характеристическое рентгеновское излучение. Сравнивая зарегистрированные длины волн с табличными, получают информацию о химическом составе исследуемого материала. Это лежит в основе качественного рентгеноспектрального анализа.

Основой количественного анализа является сопоставление интенсивностей спектральных линий различных элементов, входящих в состав пробы. Учитывая механизм возбуждения характеристического рентгеновского излучения ясно, что излучения всех серий (K,L,M и т.д.) возникают одновременно, причём соотношения интенсивностей линий в пределах серии всегда постоянно. Наличие в анализируемом образце того или иного элемента устанавливается не по отдельным линиям, а по присутствию на спектрограмме всей серии линий в целом.

Для сравнительно лёгких элементов используют при проведении анализа линии K- серии, для тяжёлых – линии L- серии.

Главные достоинства рентгеноспектрального анализа:

- простота характеристических рентгеновских спектров даже для тяжёлых элементов (по сравнению с оптическими спектрами);
- независимость длин волн от состояния атомов анализируемого элемента.(свободное или в химическом соединении).Потому что возникновение характеристического рентгеновского излучения связано с возбуждением внутренних электронных уровней, которые в большинстве случаев практически не изменяются от степени ионизации атома.;
- возможность определения редкоземельных и некоторых других элементов, спектры которых имеют в оптическом диапазоне малое различие спектров, из-за подо-

бия электронного строения внешних оболочек и малого различия по химическим свойствам;

-метод рентгеновской флуоресцентной спектроскопии является в отличие от оптической спектроскопии «неразрушающий», что очень важно при анализе тонких образцов (фольга, тонкий металлический лист и т.д.)

Аппаратура для рентгеноспектрального анализа.

Проводят рентгеноспектральный анализ на приборах, которые называются рентгеновскими спектрографами. Установка состоит из следующих основных элементов:

-источника рентгеновского излучения, анализатора излучения, детектора и регистратора интенсивности излучения. Регистраторами излучения служат фотопластинки, фотоплёнка и различные ионизационные детекторы (счётчики Гейгера, фотоэлектронные умножители, пропорциональные счётчики и т.д.)

Как правило, рентгеновские спектрографы дают возможность проводить сканирование вдоль спектра.

На промышленных предприятиях особенно широкое применение приобрели многоканальные рентгеновские спектрометры (квантометры). Они обеспечивают экспрессный количественный анализ элементов (от Na или Mg до U) с ошибкой менее 1% от определяемой величины, порог чувствительности $10^{-3} \dots 10^{-4}$. В квантометрах каждый канал заранее настраивается на выбранный элемент. Одной из самых сложных проблем рентгеноспектрального анализа является анализ лёгких элементов.

Рентгеноспектральный микроанализ (РСМА), его применение и физические основы

Рентгеноспектральный микроанализ используется для исследования компонентов и примесей в сталях, сплавах и других материалах

Методами РСМА определяют химический состав микрообластей на микрошлифах.

(химический состав отдельных фаз, распределение атомов элемента сплава по зёрнам, по границам зёрен, характеристики диффузионной подвижности атомов при химико-термической обработке, в процессе старения деформации и т.д.)

Размеры микрообластей исследования лежат в интервале от 100 до 1,01 мкм.

Основан РСМА на регистрации рентгеновскими спектрометрами эмиссионного рентгеновского излучения, возбужденного пучком электронов, сфокусированных на образце.

По поверхности образца, как и методах РЭМ, продвигается в данном случае рентгеновский зонд. Элементы входящие в состав образца под воздействием рентгеновского излучения возбуждаются и излучают вторичные характеристические рентгеновские волны, определенной длины. Длина волны вторичного излучения зависит от порядкового номера элемента. Измеряя экспериментально длину

волны и интенсивность характеристического излучения и зная по справочникам длины волн и интенсивности излучений различных химических элементов можно определить химический состав исследуемого микрообъёма..

Главные особенности рентгеноспектрального микроанализа:

- простота рентгеновских характеристических спектров (даже для тяжёлых элементов);
- независимость длин волн от состояния анализируемого элемента(свободное или в хим.соединении);
- возможность разделения в анализе редкоземельных элементов
- метод рентгеновской флуоресцентной микроскопии является « неразрушающим».

На металлургических предприятиях в основном используют многоканальные рентгеновские флуоресцентные спектрометры или квантометры. Эти приборы обеспечивают экспрессный химический анализ элементов (отNa -Mg до U) с ошибкой менее 1%..В приборах также имеется возможность сканировать электронный луч в двух взаимно перпендикулярных и подавать сигнал с каждой точки исследуемой площади шлифа на электроннолучевую трубку . Фотографирование с экрана электронно-лучевой трубки в процессе сканирования позволяет получать распределение интенсивности характеристического излучения, а следовательно, картину распределения того или иного элемента по выбранной площади шлифа.

При проведении РСМА для повышения точности часто пользуются методами внутреннего и внешнего стандартов (используют эталонные образцы, изготовление которых дело достаточно сложное) Микрорентгеноспектральные приборы, как правило, являются одновременно и растровыми электронными микроскопами. Это позволяет изучать поверхности изломов с одновременным качественным или полуколичественном РСМА структурных составляющих

Локальный микрорентгеноспектральный анализ применяют для построения диаграмм состояний двойных сплавов

Одной из очень важных и сложных проблем РСМА являются анализ лёгких элементов

Наиболее сложными являются задачи количественного микрорентгеноспектрального анализа.

Качественный и количественный анализ химического состава поверхности материалов методам Оже – электронной микроскопии

Физика поверхностных явлений – в настоящее время одна из самых злободневных и быстроразвивающихся областей физического металловедения. Речь здесь идёт о поверхностях раздела:

- твёрдое тело – газ(адсорбция, катализ, атмосферная коррозия, поверхностная диффузия и растекание, износ);
- твёрдое тело – жидкость (коррозия , жидкометаллическая хрупкость);

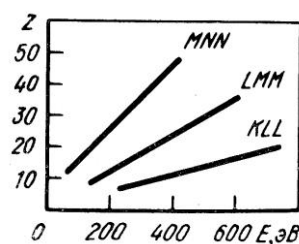
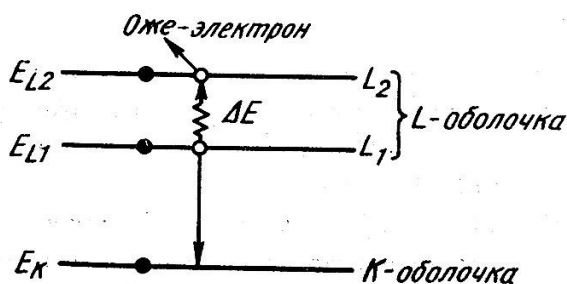
- внутренние поверхности раздела в металлах (диффузия по границам зёрен и фаз, микролегирование, хрупкость, межкристаллитная коррозия. Прогрессивность исследований в большой мере обусловлена применением новых методов.

Это и просвечивающая электронная микроскопия, о которой мы уже говорили ранее,

В настоящее время большое распространение получил метод Оже – электронной микроскопии для определения элементного состава поверхности.

Метод Оже – электронной спектроскопии позволяет исследовать состав поверхности твёрдого тела и приповерхностных слоёв толщиной 5 -30 Å со средней чувствительностью к элементам около 0,1%. Метод основан на регистрации Оже – электронов, которые испускаются атомами при их бомбардировке высокоэнергетическими электронами.

Если электрон первичного пучка выбивает электрон какого-либо уровня (K,L,D т.д.) образовавшаяся вакансия очень быстро заполняется атомом с другого уровня. Энергия, которая высвобождается при этом переходе, либо испускается в виде характеристического излучения, либо передаётся «третьему» электрону на одной из оболочек атома.. Этот электрон вылетает в вакуум. Именно он и называется Оже – электроном.



Т.е. это процесс «безызлучательный». Энергия Оже- электрона в этом случае определяется из соотношения

$$E_{\text{Оже}} = E_K - E_{L1} - E_{L2}.$$

Рассмотренный процесс называется Оже- переходом. KL_1L_2 . В атоме одновременно возможен целый ряд таких переходов, например $L_1M_{11}V_{1Y}$, $M_2M_{11}M_{1Y}$ и т.д. с разными вероятностями каждого перехода.. Энергии Оже- переходов определяются набором энергетических уровней в атоме , являются характеристикой материала и не зависят от энергии первичного пучка. Наиболее интенсивные Оже – пики для элементов с $3 \leq Z \leq 14$ соответствуют KLL перехода, для элементов с $15 \leq Z \leq 41$ - LMM переходам, для элементов с $Z \geq 43$ –MNN переходам. Следовательно, по зарегистрированным энергиям Оже электронов можно однозначно установить, атомам какого элемента они соответствуют. Т.е. провести качественный анализ.

Этим методом можно анализировать только поверхности или тонкие приповерхностные слои толщиной до 2...3 нм. Это обусловлено малой средней длиной свободного пробега Оже- электрона, т.е. малой глубиной их выхода

Для проведения точного количественного анализа химического состава поверхности методом Оже-электронной спектроскопии необходимо знать глубину выхода Оже – электронов в исследуемом материале и коэффициент обратного рассеяния первичных электронов R (так как Оже – электроны могут возбуждаться и обратными электронами если эти электроны имеют достаточную для ионизации атома энергию)..

Состав образца до анализа неизвестен, теоретический расчет всех необходимых указанных параметров затруднён. На практике обычно используют упрощённые методы количественного анализа .

Самый распространённый из них - метод эталонов. В методе эталонов Оже – спектры от неизвестного образца сравнивают со спектрами эталона, содержание анализируемого элемента в котором известно. Концентрация i -того элемента в образце определяется по формуле

$C_i^{обр} = C_i^{эт} I_i^{обр} / I_i^{эт}$, где C – концентрации элемента в эталоне и образце, I – величины

Оже – токов переходов для элемента в эталоне и образце.

Применение методов измерения магнитных свойств при исследовании структуры металлов и сплавов.

Характеристики магнитные свойств

\vec{M} [А·м²] - магнитный момент, характеристика интенсивности взаимодействия тела с магнитным полем. Магнитный момент тела является суммой элементарных магнитных моментов: $\vec{M} = \sum i \vec{m}_i$

$\vec{M} = \chi V \vec{H}$ - намагниченность, магнитный момент единицы объёма \vec{M} , А/м, где V – объём тела.

Связь между намагниченностью и магнитным полем устанавливается соотношением

$\vec{M} = K_m \vec{H}$, где K_m - магнитная восприимчивость.

$\Phi = S \mu_0 (I + H)$ - магнитный поток- сумма магнитных потоков, создаваемых внешним полем H и намагниченности I , где μ_0 - магнитная постоянная.

$B = \Phi / S = \mu_0 (I + H)$ - индукция – магнитный поток, проходящий через единицу площади

Методы измерения напряжённости магнитного поля

В зависимости от целей исследования, интервала магнитных полей и температур, в качестве источников магнитного поля служат соленоиды постоянного тока, электромагниты, постоянные магниты, сверх проводящие соленоиды. Импульсные магнитные поля напряжённостью до

$8 \cdot 10^7$ А/м получают в результате кратковременного токового разряда.

Существуют различные методы измерения напряжённости магнитного поля, которые известны из курса физики: -баллистический;- с использованием эффекта

Холла; метод ядерного магнитного резонанса; - электродинамический; метод потенциометров ; - метод феррозондов

Определение магнитных свойств материалов.

Различные методы существуют и для определения магнитных свойств материалов. Такие как: --измерение пара -и диамагнитной восприимчивости, основанные на определении изменения коэффициентов взаимно - или самоиндукции, и методы, при которых измеряется сила f , действующая на образец помещённый в переменное магнитное поле.;

- измерение ферромагнитных свойств материалов;
- измерение магнитной анизотропии.;
- измерение магнитных свойств в переменных полях.

Методы измерения магнитных свойств применяются при исследовании металлов и сплавов.

Основным преимуществом методов магнитного анализа является их высокая чувствительность, в особенности при исследовании процессов связанных с переходом из парамагнитного в ферромагнитное состояние. Эти процессы имеют место при термической обработке сталей, когда изменяются кристаллические решётки $\alpha \leftrightarrow \gamma$ (α -ОЦК – ферромагнитна, γ -ГЦК парамагнитна. Магнитный метод используется для изучения этого процесса с количественной оценкой.

Магнитные методы применяются при исследовании влияния на структуру легирования, режима термообработки, деформации и т.д..

Термомагнитный анализ.

Для определения состава и фазового анализа используют структурно- нечувствительное свойство – намагниченность. Установка для проведения термомагнитного анализа должна обеспечивать быстрый нагрев образца, чтобы, в процессе нагрева и измерений, фазовый состав сплава не изменялся. В случае существования в сплаве магнитной фазы намагниченность единицы массы σ_s сплава будет пропорциональна количеству фазы, а исчезновение ферромагнитных свойств соответствует температуре Кюри фазы. Установка для проведения термомагнитного анализа должна обеспечивать быстрый нагрев образца, чтобы в процессе нагрева и измерений не изменился фазовый состав сплава. При наличии двух ферромагнитных фаз с различными намагниченностями σ_{s1} и σ_{s2} и разными температурами Кюри на кривой $\sigma(T)$ будет перегиб. Часто для термомагнитного анализа используются весы Сексмита.

Исследование изотермического превращения в сталях.

Для исследования кинетики распада переохлаждённого аустенита используется анизометр Акулова. Он применяется для исследования любого превращения, ко-

торое сопровождается изменением намагниченности I_s образца. Количество распавшегося аустенита (он превращается в смесь феррита и цементита или в мартенсит) пропорционально намагниченности образца. Для быстрого достижения образцом температуры изотермического превращения анизометр снабжён сменными ваннами, нагретыми до различных температур.

Изучение диаграмм фазового равновесия.

В однофазной области намагниченность монотонно изменяется с изменением концентрации компонентов, а в двухфазных областях наблюдается перегиб зависимости I_s от концентрации. Коэрцитивная сила является структурно-чувствительным свойством и резко изменяется при появлении в сплаве второй фазы. Следовательно, анализ изменения коэрцитивной силы от концентрации также позволяет установить границу фазовых областей.

Определение размера частиц дисперсной ферромагнитной фракции.

Это измерение основано на явлении супермагнетизма. Наличие супермагнетизма позволяет определить размер и количество мелкодисперсных выделений второй фазы.

Исследование текстуры.

Магнитный анализ используется для обнаружения кристаллографической текстуры, получающейся, например, при прокате и для её количественной оценки. С этой целью используют прибор типа крутильных весов. Предложен метод, позволяющий оценивать анизотропию листов без их разрушения с помощью феррозондового датчика. Этим методом оценивается также неоднородное распределение внутренних напряжений.

Таким образом, влияние структуры, химического и фазового состава на магнитные характеристики позволяет использовать магнитные методы для изучения и контроля структуры сплавов.

Применение методов измерения электрических свойств при исследовании структуры металлов и сплавов.

Исследование диаграмм фазового состояния.

Электросопротивление сплава от его кристаллической структуры (твёрдого раствора различной концентрации, наличия двух или трёх фаз, химического соединения). В первом приближении зависимость электросопротивления от состава в области твёрдых растворов описывается параболическим законом, а в двухфазной области – линейным.

Исследуя изменение сопротивления в зависимости от состава сплавов при различных температурах, можно установить положение границ однофазных и двухфазных областей на диаграмме состояния. В области существования граничных растворов электропроводность изменяется.

Электрическими методами исследуются процессы упорядочивания твёрдых растворов, процессы старения сплавов и процессы происходящие при закалке и отпуске сталей.

В процессе отпуска происходит распад мартенсита с образованием частиц карбидной фазы и распад остаточного аустенита, электросопротивление при этом падает.

Акустические методы структурного анализа материалов.

Для исследования структуры материалов и контроля качества деталей используют явление акустической эмиссии.

Акустическая эмиссия – это явление, возникающее вследствие освобождения энергии в твердых телах, подвергнутых пластической деформации или излому. Часть этой энергии преобразуется в упругие волны, которые распространяются в материале и могут быть обнаружены на его поверхности с помощью высокочувствительных преобразователей.

Акустическими (упругими) волнами называют распространяющиеся в упругом теле механические возмущения (деформации)

При распространении упругих волн частицы среды не переносятся, а лишь совершают колебания относительно точек равновесия.

Для акустического контроля применяют колебания ультразвукового и звукового диапазонов частотой от 50 Гц до 50 МГц. Интенсивность колебаний обычно невелика, не превышает 1 кВт/см^2 . Такие колебания происходят в области упругих деформаций среды, где напряжения и деформации связаны пропорциональной зависимостью. Существуют различные виды акустической эмиссии:

акустическая эмиссия, вызываемая локальной динамической перестройкой структуры материала;

акустическая эмиссия, связанная с фазовыми превращениями в веществах и материалах;

акустическая эмиссия, возникающая в результате протекания химических и электрохимических реакций, включая разнообразные коррозионные процессы;

акустическая эмиссия, связанная с движением дислокаций.

Во всех этих случаях в материале возникают звуковые колебания, которые называются сигналом акустической эмиссии и которые улавливаются специальными датчиками.

Так как обычно многие сигналы акустической эмиссии имеют малую интенсивность, особенно важно уменьшить до минимума электронные шумы и выделить акустический сигнал.

Это связано с тем, что сигналы являются шумоподобными, поскольку акустическая эмиссия является случайным импульсным процессом..

