

Г.И. Бровер, В.Н. Пустовойт,
А.В. Бровер, В.В. Дука

МЕТОДЫ СТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА МАТЕРИАЛОВ



Ростов-на-Дону
2018

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Г.И. Бровер, В.Н. Пустовойт,
А.В. Бровер, В.В. Дука

МЕТОДЫ СТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА МАТЕРИАЛОВ

Учебно-методическое пособие

Ростов-на-Дону
ДГТУ
2018

УДК 621.785:669.14(075.8)

Б88

Рецензент

доктор технических наук, профессор А.Ю. Кем
(ДГТУ, г. Ростов-на-Дону)

Бровер, Галина Ивановна.

Б88

Методы структурного анализа материалов : учеб.-метод. пособие / Г.И. Бровер, В.Н. Пустовойт, А.В. Бровер, В.В. Дука ; Донской гос. техн. ун-т. – Ростов-на-Дону : ДГТУ, 2018. – 144 с.

ISBN 978-5-7890-1565-0

Включает в себя краткие теоретические сведения и рекомендации по применению и практическому освоению различных методов и приемов структурного анализа сталей и сплавов в зависимости от цели металлофизических исследований строения и свойств материалов.

Предназначено для обучающихся направления 22.03.01 «Материаловедение и технология материалов» при выполнении лабораторного практикума по дисциплинам «Методы структурного анализа материалов», «Методы контроля качества металлоизделий», а также для обучающихся, изучающих курсы «Материаловедение», «Материаловедение и технология материалов» и др., и для практического освоения приемов изучения строения и свойств материалов.

УДК 621.785:669.14(075.8)

Печатается по решению редакционно-издательского совета
Донского государственного технического университета

Научный редактор

доктор технических наук, профессор Ю.М. Домбровский

ISBN 978-5-7890-1565-0

© Бровер Г.И., Пустовойт В.Н.,
Бровер А.В и др., 2018

© Донской государственный
технический университет, 2018

1. МАКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ

Макроструктура – строение металлов и сплавов, выявляемое невооруженным глазом или лупой ($\times 30$) на шлифованных и/или протравленных образцах. Макроструктурный метод позволяет, что важно, одновременно анализировать всю поверхность изучаемого объекта или значительную ее часть. Макроструктуру можно наблюдать на поверхности детали, в изломах, а также на специально подготовленной поверхности образца – макрошлифе, который получают путем шлифования и травления различными реактивами. В результате избирательного растворения металла на поверхности макрошлифа выявляется структура, по которой судят о строении и «поведении» металла в процессе обработки и его качестве. Состав реактивов для травления зависит от природы металла и определяемых целью исследования задач. Например, для выявления структуры слитков и проката из стали различных марок применяют раствор соляной, серной кислот и воды в соотношении 1:2:3 при температуре 95–100°C. При этом травление проводят в течение 1,5–2 ч погружением макрошлифов в раствор. С целью сохранения структурной картины макрошлифы тщательно промывают в проточной воде и протирают ватным тампоном, смоченным в спирте. Макрошлиф, приготовленный на поверхности сечения детали, часто называют темплетом. Для выявления различных особенностей макроструктуры применяют специальные реактивы.

1.1. Макроструктура отливок (слитков)

Впервые описание процессов кристаллизации из жидкого состояния на основе макроструктурного анализа дал Д.К.Чернов в 1878 г. Для изучения строения слитка делают продольный и поперечный разрезы, шлифуют и протравливают. При исследовании макрошлифа слитка можно выявить зоны кристаллизации, ликвацию, усадочные раковины, рыхлость, газовые пузыри.

Неравномерное растворение поверхности металла приводит к появлению макрорельефа, который отражает развитие процесса кристаллизации слитка. Наиболее часто можно наблюдать три основные зоны кристаллизации: *I* – наружная зона мелких кристаллитов,

образующаяся в первые моменты кристаллизации при высокой скорости охлаждения за счет соприкосновения жидкого металла с изложницей; 2 – зона длинных столбчатых кристаллитов (зона

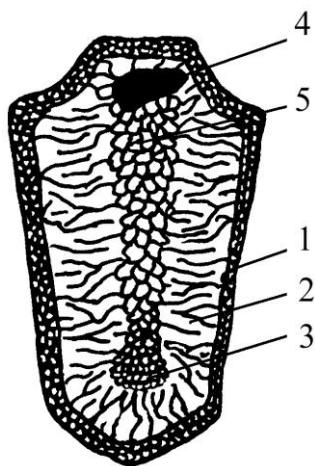


Рис. 1.1. Схема макроструктуры стального слитка: 1,2,3 – зоны кристаллизации; 4 – усадочная раковина; 5 – рыхлость, поры

транскристаллизации), формирующаяся в результате интенсивного направленного отвода тепла – перпендикулярно стенкам изложницы; 3 – зона равноосных различно ориентированных кристаллитов, образующаяся в центральной части слитка при наименьшей степени переохлаждения и отсутствии интенсивного направленного отвода тепла (рис.1.1).

Форма кристаллитов зависит от условий их роста: интенсивности и направления отвода тепла, температуры жидкого металла, а также от наличия примесей, способных быть центрами кристаллизации. Рост кристаллов происходит по дендритной (древовидной) схеме. Д.К.Чернов показал, что с наибольшей скоростью растет ось первого порядка; перпендикулярно к ней,

но с меньшей скоростью, – ось второго порядка и т.д. Наибольшая скорость роста осей дендритов происходит по кристаллографическим плоскостям и направлениям решетки с наибольшей плотностью упаковки атомов. Дендриты растут до соприкосновения друг с другом, после чего кристаллизуются межосные пространства и дендриты превращаются в равновесные кристаллиты, имеющие неправильную внешнюю огранку (их называют кристаллитами, или зернами).

В межосных объемах и на границах кристаллов скапливаются примеси, а также образуются поры из-за усадки. Дендритную форму кристаллов видно на поверхности усадочной раковины и в местах недостаточного подвода жидкого металла, когда образуются только оси дендритов. Д.К.Чернов нашел в усадочной раковине 100-тонного стального слитка крупный дендрит, который имел длину 39 см и массу 3,45 кг.

После кристаллизации металл занимает меньший объем, чем жидкий. Уменьшение объема при переходе металла из жидкого состояния в твердое называется усадкой, в результате усадки внутри слитка образуются усадочные раковины, рыхлость, поры. Усадочные раковины образуются в том месте, где металл кристаллизуется в последнюю очередь. Размер, форма и расположение усадочных раковин зависит от формы слитка, степени раскисления металла и других факторов. В слитке, уширенном кверху, усадочная раковина получается широкой и неглубокой, а в уширенном к низу – глубокой и узкой.

Усадочная рыхлость и поры располагаются обычно под усадочной раковиной, а в тех местах, где сходятся оси дендритов, растущих навстречу друг другу или под углом, образуются межкристаллические пустоты.

Газовые пузыри возникают при кристаллизации в результате выделения газов из расплавленного металла. Их количество зависит от соотношения между скоростями кристаллизации и выделения газа. Газовые пузыри образуются за счет выделения растворенных в металле газов и по форме представляют небольшие сфероидальные или эллипсоидальные полости. Если пузыри расположены внутри слитка и стенки их не окислены, то при ковке или прокатке они завариваются. Если газовые пузыри расположены вблизи поверхности или выходят наружу, то стенки их оказываются окисленными и они не завариваются. Такие пузыри представляют неисправимый порок слитка, так как приводят к образованию трещин и пленок, располагающихся на поверхности и внутри поковок или прокатанного металла.

Ликвацией называется неравномерность слитка по химическому составу. Различают следующие виды ликвации: внутрикристаллитную (дендритную), зональную и по удельному весу.

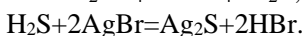
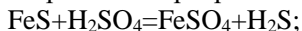
1. Внутрикристаллитная или дендритная ликвация – неравномерность по составу в пределах одного дендрита. Оси дендритов формируются в первую очередь и содержат больше тугоплавких компонентов и меньше легкоплавких примесей, чем междендритные участки. Степень ликвации в пределах каждого дендрита, например, стали или чугуна, тем выше, чем больше содержание углерода, серы, фосфора и других элементов. Имеет место также межкристаллитная ликвация – неравномерность по составу на границе между дендритами. Длительное пребывание расплавленного металла при высоких температурах способствует выравниванию химического состава и

уменьшению степени ликвации. Неравномерность по составу выявляется травлением в виде дендритной структуры.

2. Зональная ликвация – неравномерность по составу между отдельными зонами кристаллизации слитка. Вначале образуются кристаллы относительно чистые от примесей. Они вытесняют в центральную часть слитка наиболее легкоплавкую жидкую фазу, богатую примесями серы, фосфора и легирующими элементами. Центральная часть слитка, кристаллизующаяся последней, содержит повышенное количество примесей.

В железоуглеродистых сплавах сильно ликвируют сера и фосфор. Сера, образуя сульфид FeS , входит в состав легкоплавкой эвтектики, плавящейся при 985°C .

Зональную ликвацию сульфидных включений можно выявить, если сделать сернистый отпечаток на фотобумаге по методу Баумана. Для этого засвеченную фотобумагу смачивают 5 %-ным раствором H_2SO_4 , слегка подсушивают и прижимают к ней исследуемый образец шлифованной поверхностью, выдерживая в течение 2–3 минут, затем фотобумагу снимают, промывают в воде, закрепляют в 10%-ном растворе гипосульфита в течение 5–12 минут и снова промывают в воде. Сущность метода состоит в том, что на тех участках поверхности металла, в которых имеются скопления сернистых соединений FeS и MnS , при взаимодействии с серной кислотой выделяется сероводород, который соединяется с бромистым серебром фотобумаги и образует сернистое серебро темного цвета:



Образующиеся на фотобумаге темные участки указывают на характер и форму распределения включений сульфидов в железоуглеродистом сплаве (рис. 1.2).

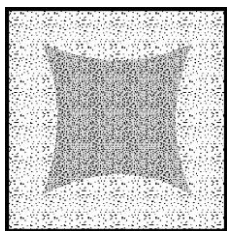


Рис. 1.2. Опечаток по методу Баумана, снятый с микрошлифа поперечного разреза слитка

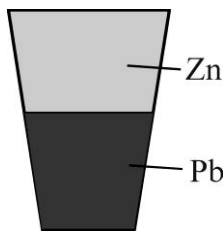


Рис. 1.3. Схема макроструктуры слитка сплава системы Pb-Zn с ликвацией по удельному весу

3. Ликвация по удельному весу наблюдается в том случае, когда компоненты, составляющие сплав, и образующиеся фазы имеют большую разницу в удельных весах, например, в сплавах Pb-Zn, Cu-Pb. Фаза с большим удельным весом оседает на дно, а более легкая всплывает на поверхность (рис. 1.3). Для устранения ликвации по удельному весу сплав должен быть тщательно перемешан и быстро закристаллизован.

1.2. Макроструктура горячедеформированных металлов

В процессе горячей обработки слитка давлением (прокатка, ковка) меняется его макроструктура: дендриты и пластичные включения (сульфиды, силикаты) вытягиваются в направлении течения металла. Вытянутые дендритные оси и междендритные участки объема образуют совокупность параллельных волокон. Образованные таким образом волокна ясно видны на протравленном макрошлифе (рис. 1.4).

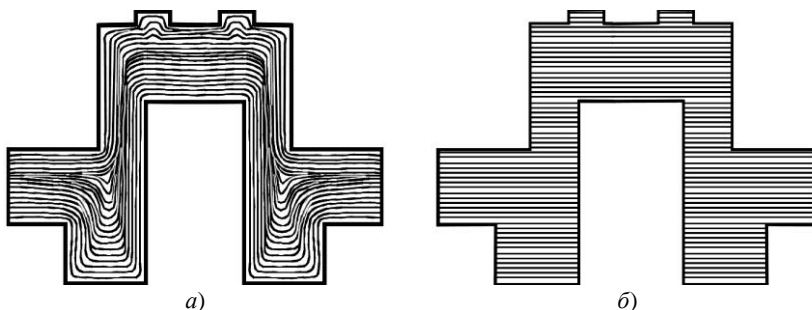


Рис. 1.4. Схема макроструктуры поковок коленчатого вала с правильным (а) и неправильным (б) расположением волокон в стали

Механические свойства горячедеформированного металла, особенно ударная вязкость, различны в разных направлениях. Если нагружение деталей производится вдоль волокон, то ударная вязкость резко снижается. Обычно стремятся получить такое расположение волокон, чтобы волокна следовали конфигурации изделия и не пересекались.

1.3. Макроструктура детали после местной закалки

Часто одна и та же деталь должна иметь различную структуру и свойства по сечению, например, поверхностный слой толщиной

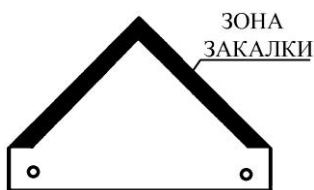


Рис. 1.5. Схема макроструктуры детали после местной закалки

2–4 мм. Должен быть закален для получения высокой твердости и прочности, а сердцевина – остаться мягкой. Такая закалка называется местной. С помощью макроструктурного анализа можно определить глубину закаленного слоя. Для этого достаточно отшлифовать поверхность разреза детали и протравить

10%-ным раствором азотной кислоты в воде до проявления закаленной зоны, которая окрашивается в более темный цвет (рис. 1.5). Это связано с наличием в зоне закалки более дисперсной структуры и, как следствие, – с большей поверхностью границ фаз.

1.4. Макроструктура изломов

Металлы имеют зернистое строение, которое хорошо видно в изломах. По виду излома можно определить характер разрушения, в чугунах – вид чугуна, в термически обработанных сталях – приблизительно температуру нагрева при термической обработке, глубину закаленного и цементированного слоя и др.

Волокнистый излом соответствует вязкому разрушению, а кристаллический излом – хрупкому разрушению.

Белый чугун имеет светло-серебристый хрупкий излом, обусловленный наличием в структуре большого количества карбида железа – цементита; серый чугун – мелкокристаллический излом серого цвета; ковкий чугун с ферритной металлической основой – мелкокристаллический черный бархатный излом, а ковкий чугун с основой пластинчатого перлита – среднекристаллический блестящий излом; литейный доменный чугун – мелкокристаллический светлый излом.

Инструментальная сталь У10, закаленная от оптимальной температуры 760-780°C, имеет очень мелкокристаллический матовый фарфоровидный излом.

Перегретая сталь, закаленная от температур 950°C и выше, обладает крупнокристаллическим изломом. *Перегрев* – исправимый брак, заключающийся в росте зерен, которые можно измельчить правильной повторной термической обработкой.

Пережженная сталь имеет грубокристаллический излом темного цвета. При нагреве до температур начала плавления (1400°C) границы зерен окисляются на всю глубину детали. Наличие на поверхности излома цветов побежалости или окалины свидетельствует о неисправимом браке – *пережоге*.

Многие детали, от которых требуется иметь высокую твердость только поверхностного слоя и вязкую незакаленную сердцевину, подвергаются поверхностной закалке. Глубину закаленного слоя можно определить по излому. Закаленный слой имеет фарфоровидный матовый излом, а сердцевина – кристаллический излом более светлого цвета (например, такой вид излома характерен для напильника)

1.5. Макроструктура сварных соединений

Для макроструктурного анализа сварного соединения разрез делают так, чтобы исследуемая поверхность включала в себя полное сечение сварного шва, зону термического влияния и основной металл, не изменивший свое строение под действием тепла при сварке. После шлифовки и соответствующего травления четко выявляются границы между основным и наплавленным металлом, а также зоной термического влияния.

При сварке всегда имеет место нагрев окружающего шов основного металла, в результате чего образуется зона термического влияния, состоящая из слоя перегретого металла с крупнозернистым строением, за которым идет тонкий слой с мелкозернистым строением, а потом – основной металл. Поскольку крупнозернистая структура имеет пониженную пластичность и ударную вязкость, то после сварки часто производят отжиг для измельчения зерна.

Анализ макрошлифа позволяет выявить процесс кристаллизации сварного шва, глубину и форму провара, зону термического влияния, а также возможные дефекты сварки в виде непроваров, макротрещин, пор, шлаковых включений и др.

Выполнение работы

1. Уясните цель работы.
2. Изучите методические приемы макроструктурного анализа металлов.

3. Изучите макроструктуру слитков, горячедеформированных металлов, деталей после местной закалки, изломов.

4. Изобразите схемы макроструктур стального слитка, слитка с ликвацией по удельному весу; схемы макроструктур горячедеформированной детали с правильным и неправильным расположением волокон, схемы макроструктур детали после местной закалки.

4.1. Изготовьте по методу Баумана сернистый отпечаток на фотобумаге со стального слитка.

4.2. Изучите макроструктуру изломов различных металлических материалов и сварных соединений.

4.3. Составьте отчет о работе:

4.3.1. Цель работы.

4.3.2. Определение макроструктуры, методические основы и приемы макроструктурного анализа металлов:

– Схема макроструктуры стального слитка с описанием основных зон кристаллизации, причины образования усадочной раковины, рыхлости и газовых пузырей при кристаллизации.

– Определение всех видов ликвации, схема темплета с ликвацией по удельному весу.

– Сущность метода Баумана, сернистый отпечаток на фотобумаге со стального образца.

– Причина волокнистого строения горячедеформированного металла, схема макроструктуры горячедеформированной детали с правильным и неправильным расположением волокон.

– Способ выявления зоны местной закалки, схема макроструктуры детали после местной закалки.

– Описание макроструктуры изломов различных металлических материалов и сварных соединений.

Контрольные вопросы

1. Что называется макроструктурой?
2. Какие основные зоны кристаллизации имеет слиток?
3. По какой причине образуются в слитке усадочная раковина, рыхлость и газовые пузыри?
4. Что называется ликвацией и какие виды ликвации существуют?
5. Каким способом выявляется ликвация серы в железоуглеродистых сплавах?
6. Почему при горячей обработке давлением сталь приобретает волокнистое строение и как должны располагаться волокна в готовой детали?
7. Каким способом можно выявить зоны местной закалки детали?
8. Что можно выявить по виду излома металла?
9. Какие изломы имеют белый, серый, ковкий и доменный литейный чугуны, какие изломы имеет правильно закаленная, перегретая и пережженная сталь?
10. Что можно наблюдать на макрошлифе сварного соединения?

Рекомендуемая литература

1. Геллер Ю.А. Материаловедение / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1989. – С. 12–20.
2. Лаборатория металлографии / Е.В. Панченко, Г.А. Скаков, Б.И. Кример и др. – М.: Металлургия, 1965. – С. 335–345.
3. Материаловедение и термическая обработка стали. В 3-х т. Т.1. Методы испытания и исследования / Под ред. М.Л. Бернштейна, А.Г. Рахштадта. – М.: Металлургия, 1983. – С. 15–17.

2. ФРАКТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛОИЗДЕЛИЙ

Создание и применение новых высокопрочных металлических материалов, усложнение условий эксплуатации деталей и узлов в современных машинах, а также прогнозирование поведения материала в деталях, конструкциях требуют новых методов изучения и оценки свойств этих материалов, наиболее отвечающих эксплуатационным свойствам.

Актуальной проблемой в настоящее время является создание материалов и различных видов их обработки, обеспечивающих наряду с высокой прочностью большое сопротивление разрушению. Гарантия качества деталей определяется их надежностью и в значительной степени способностью детали противостоять развитию возникшей трещины.

Среди различных методов изучения процесса разрушения, связи состава и структуры материалов с его механической прочностью особое место отводится исследованию поверхностей разрушения (изломов) – фрактографии. Излом наиболее четко отражает строение и свойства материала в локальном объеме, в котором протекает процесс разрушения, поэтому на основании изучения макро- и микроструктуры излома после того или иного вида нагружения можно оценить сопротивление материала распространению трещины.

Строение излома – набор элементов поверхности разрушения, используемых для идентификации излома и различимых при визуальном рассмотрении или при увеличении световой и электронной микроскопии.

Фрактография находит применение на различных стадиях изготовления ответственных деталей машин: при входном контроле – для оценки качества слитков, поковок, проката и т.д.; анализ изломов образцов после различных испытаний – неотъемлемая часть аттестации материалов при определении характеристик, обеспечивающих их надежность в эксплуатации, на промежуточных стадиях изготовления – для оценки качества и отработки режимов термической, химико-термической и механической обработки, при контроле готовой металлопродукции.

Различают следующие основные виды изломов: хрупкий, квазихрупкий, вязкий, усталостный.

2.1. Основные виды изломов

2.1.2. Вязкое и хрупкое разрушение

В практике металловедческих исследований наиболее часто используют различия в характере излома при вязком и хрупком разрушениях. При вязком разрушении стали эксплуатационная надежность максимальна. Хрупкое разрушение происходит с большой скоростью и поэтому представляет собой наибольшую опасность.

Экспериментальное изучение процесса разрушения выявило следующие отличительные признаки вязкого и хрупкого разрушений.

1. Вязкое и хрупкое разрушение можно связать с энергоемкостью при том или ином виде нагружения. Вязкому разрушению соответствуют обычно большие значения поглощенной энергии, т. е. большая работа и малая скорость распространения трещины. Энергоемкость хрупкого разрушения мала, скорость распространения хрупкой трещины велика, близка к скорости звука.

2. Для поликристаллических тел, в том числе для большинства металлов и сплавов, существуют два вида разрушения – внутризеренное и межзеренное. При внутризеренном разрушении трещина распространяется по телу зерна, а при межзеренном разрушении она проходит по границам зерен. При распространении трещины по телу зерна может происходить как вязкое, так и хрупкое разрушение, межзеренное разрушение является хрупким.

3. Вязкое и хрупкое разрушения различают по кристаллографическому признаку. Вязкое разрушение обычно не связано с определенной кристаллографической плоскостью. Хрупкое внутризеренное разрушение распространяется вдоль плоскости скола внутри отдельных зерен поликристалла. Такими плоскостями необязательно бывают плоскости наиболее плотной упаковки атомов, перпендикулярно которым действуют минимальные силы сцепления. Например, скол в α -Fe и некоторых других металлах с ОЦК-решеткой происходит вдоль плоскости (100), а не (110), как это должно было бы быть при минимальной затрате энергии.

4. Вязкое и хрупкое разрушения вызывают образование различных поверхностей излома. Внешний вид поверхности излома позволяет обычно судить о характере разрушения. Волокнистый матовый излом является результатом вязкого разрушения, кристаллический – хрупкого.

2.1.2. Вязкий ямочный излом

Для вязкого излома характерно ямочное строение. Ямки – микроуглубления на поверхности разрушения, представляющие собой вскрытые поверхности микропустот, образующихся в процессе пластического течения металла. Ямочный излом характерен для большинства пластичных или вязких материалов.

Ямочная структура изломов наблюдается у углеродистых и легированных сталей, чугунов при разрушении выше критической температуры хрупкости, аустенитных сталей, алюминиевых и медных сплавов, металлов с гексагональной решеткой, таких как цинк, магний и др.

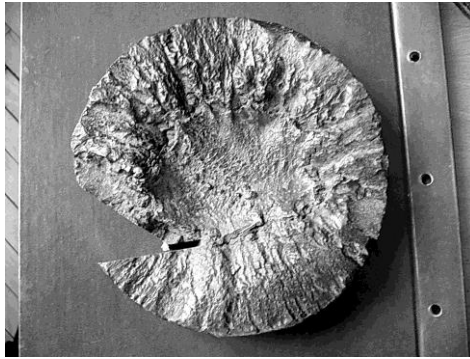


Рис. 2.1. Волокнистый вязкий излом стали

На материалах, подвергнутых горячей пластической деформации, наблюдаются ямки волокнисто-полосчатого излома – микроуглубления на поверхности разрушения, возникшие в результате образования и слияния микропустот около вытянутых структурных неоднородностей: неметаллических включений и ликвационных зон (рис. 2.1). Для сталей с ферритной структурой средний размер ямок соответствует размерам зерен феррита. В сталях с мартенситной структурой дисперсность ямочного строения связана с величиной действительного аустенитного зерна. Чем больше величина зерна, тем крупнее ямки. Средний размер ямок коррелирует и с максимальным размером игл мартенсита.

2.1.3. Хрупкий ручьистый излом (скол)

При хрупком внутризеренном разрушении распространение трещины идет достаточно строго по кристаллографическим плоскостям. Это вызывает образование участков с плоскими гранями – фасеток скола, размеры которых могут быть различны и зависят от структуры и свойств материала. При грубом изломе фасетки скола могут наблюдаться визуально как гладкие блестящие участки (рис. 2.2).



Рис. 2.2. Хрупкий излом

При увеличениях оптического микроскопа на фасетках скола обнаруживается определенный рисунок – ручьистый узор. В структурах распада переохлажденного аустенита – перлите и верхнем бейните – наблюдается корреляция размеров фасеток скола и исходного зерна аустенита, а в игольчатых структурах (нижний бейнит, мартенсит) – корреляция фасеток скола с размером игл.

2.1.4. Квазихрупкий излом

Квазихрупким изломом называется излом, в котором наряду с признаками хрупкого разрушения обнаруживаются признаки некоторой локальной пластической деформации (рис. 2.3).



Рис. 2.3. Камневидный квазихрупкий излом

Он характеризуется относительно ровным (плоским) строением. Невсегда связан ориентационно с плоскостями скола, характеризуется тем, что наряду с признаками хрупкого разрушения имеет признаки пластической деформации.

2.2. Фрактографический анализ металлов

Стали и сплавы с ОЦК- и ГПУ-решеткой обладают способностью разрушаться хрупко или вязко в зависимости от температуры испытаний.

Температура, при которой наблюдается смена механизма разрушения металлического материала, называется критической температурой хрупкости (КТХ). Способность металлов и сплавов значительно снижать вязкость с понижением температуры в результате изменения механизма разрушения называется хладноломкостью. Хладноломкость является важной характеристикой конструкционной прочности материала.

Для определения КТХ используют фрактографический метод, основанный на изучении макро- или микростроения изломов при различных температурах ударных испытаний – визуальный метод определения КТХ по проценту волокна в изломе.

Для металлов и сплавов, имеющих в изломе визуально различные локальные зоны вязкой и хрупкой составляющих, процент вязкой составляющей в изломе определяется как отношение площади вязкого излома к первоначальному расчетному сечению образца.

На основе определения процента вязкой составляющей в изломах образцов, полученных при различных температурах ударных испытаний, строится сериальная кривая в координатах процент волокна – температура испытаний [%B-f(t)].

Доля вязкой составляющей в изломе образцов определяется из выражения

$$\%B = \frac{S - ab}{S} 100\%$$

путем измерения штангенциркулем площади излома S и площади участка хрупкого разрушения $(a-b)$ согласно схеме рис. 2.4.

В качестве примера на рис. 2.5 приведена сериальная кривая, построенная по проценту вязкой составляющей в изломе стали 40. Кривая имеет резкие перегибы, по которым легко определить температуры начала (t_b) и конца (t_n) перехода от вязкого состояния в хрупкое состояние.

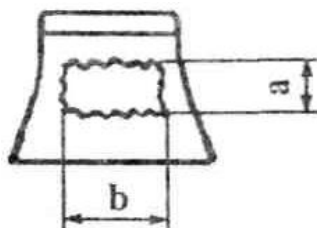


Рис. 2.4. Схема измерения площади хрупкого разрушения в изломе образца

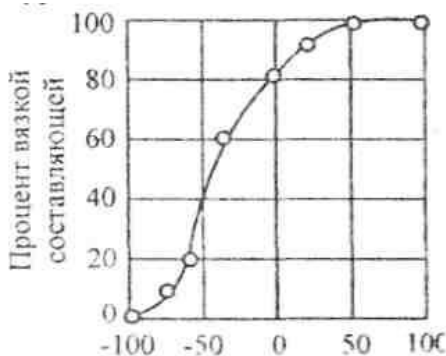


Рис. 2.5. Сериальная кривая вязкой составляющей в изломе стали 40

Для материалов, характеризующихся значительным температурным интервалом вязко-хрупкого перехода, различают температуры t_{10} , t_{50} и t_{90} , соответствующие наличию в изломе соответственно 10, 50 и 90 % вязкой составляющей.

В качестве критической температуры хрупкости наиболее часто используют температуру, при которой половину площади излома занимает вязкая составляющая – t_{50} .

2.2.1. Фрактография усталостных изломов

Процесс усталостного разрушения состоит в постепенном развитии и накоплении повреждений в материале, при этом длительность образования усталостного излома определяется развитием трещины до критического размера, после чего наступает макроразрушение (рис. 2.6).

Схема усталостного излома представлена на рис. 2.7. В соответствии с этим поверхность излома после усталостных испытаний состоит из двух зон с различным макрорельефом: «усталостной» зоны или зоны стабильного развития трещины; зоны долома. Площадь, занимаемая каждой из зон, зависит от структурного состояния стали и режима испытаний.

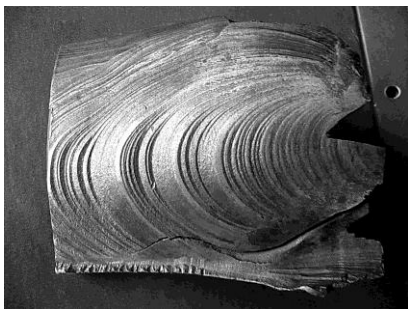


Рис. 2.6. Шевронный усталостный излом, характеризующийся наличием системы ступенек («елочек» или шеврона)

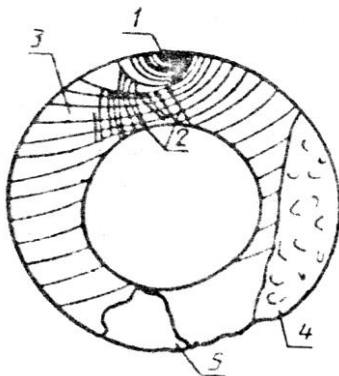


Рис. 2.7. Схема усталостного излома: 1 – очаг разрушения; 2 – ступеньки и рубцы; 3 – усталостные линии; 4 – зона ускоренного развития трещины; 5 – зона долома

При разрушении деталей, работающих в сложно напряженном состоянии, усталостный излом бывает сложным с несколькими зонами зарождения и распространения трещины и областями перехода между ними.

2.2.2. Фрактографический метод при анализе неметаллических включений

Неметаллические включения являются одним из важнейших факторов металлургического качества стали.

Метод фрактографии позволяет идентифицировать включения, выходящие в излом при разрушении.

Влияние неметаллических включений различно при разрушении в вязкой и хрупкой области температурного интервала: при хрупком разрушении для стали в высокопрочном состоянии опасны лишь крупные неметаллические включения или плены, которые являются очагами разрушения. Вязкое разрушение практически всегда контролируется включениями.

В настоящее время установлено, что проблема повышения вязкости стали не сводится к достижению возможно большей чистоты стали. Для сталей каждого класса и условий их эксплуатации надо определять верхние границы размеров, количество, вытянутость включений, которые гарантировали бы нужные свойства сталей. Это осуществляется с помощью количественных методов оценки при анализе неметаллических включений.

Выполнение работы

1. С использованием бинокулярного микроскопа ММУ-3 определите характер поверхности разрушения образцов сталей и чугунов. Опишите признаки хрупкого, вязкого, усталостного изломов.

2. Оцените металлургическое качество образцов различных материалов. Выявите в изломах литейных материалов металлургические дефекты (рыхлоты, поры, плены, горячие трещины) Перечислите причины, вызывающие образование металлургических дефектов и методы их устранения.

3. Определите наличие и глубину обезуглероженного слоя и перегрева на образцах сталей. Выявите визуально межзеренный камневидный излом, сопровождающий перегрев конструкционных сталей, по характерному металлическому блеску и крупной кристал-

личности. Оцените перегрев быстрорежущей стали по наличию нафталинистого излома, который обнаруживается по избирательному блеску, характерному для крупных зерен.

4. Определите фрактографическим методом правильность выбора температуры закалики путем сравнения изломов, полученных на образцах после термообработки при различных температурах. Определите возможности исправления структуры перегретых сталей.

5. Проведите контроль качества образцов сталей после химико-термической обработки (азотирования, цементации или цианирования). Оцените фрактографическим методом строение и глубину диффузионного слоя стали после различных видов химико-термической обработки.

6. Определите местоположение и глубину зоны поверхностной закалки режущего сегмента лапы культиватора путем сравнения характера излома и размера зерна сердцевины и поверхностного слоя.

7. Определите порог хладноломкости стали путем оценки доли вязкой составляющей с точностью до 10% в изломах стальных образцов, подвергнутых нагреву в электрических печах до температур 150–50°C, а также охлаждению до температуры -50°C в смеси твердой углекислоты с этиловым спиртом и испытаниям на ударный изгиб. (За условный порог хладноломкости принимается температура, приводящая после ударного изгиба образца стали к появлению в изломе 50% волокна).

8. Составьте отчет о работе:

8.1. Цель работы

8.2. Краткое описание примеров применения фрактографического анализа для контроля качества металлоизделий.

8.3. Анализ особенностей строения вязкого, хрупкого, квазихрупкого, усталостного изломов.

8.4. Описание методики фрактографического метода определения критической температуры хрупкости.

8.5. Схемы строения изученных поверхностей разрушения и заключение о качестве металлоизделий.

Контрольные вопросы

1. Каковы основные задачи фрактографического метода анализа металлоизделий?
2. В чем особенности строения вязкого, хрупкого, квазихрупкого, усталостного изломов?
3. Как фрактографическим методом определяется критическая температура хрупкости?
4. Приведите примеры применения фрактографического метода для контроля качества термической, химико-термической обработки и для оценки металлургического качества материала.

Рекомендуемая литература

1. Контроль качества термической обработки стальных полуфабрикатов и деталей: справ. / Под ред. В.Д. Кальнера. – М.: Машиностроение, 1984. – 383 с.
2. Гордеева Т.А. Анализ изломов при оценке надежности материалов Т.А. Гордеева, И.П. Жегина. – М.: Машиностроение, 1978. – 200 с.
3. Фридман Я.Б. Строение и анализ изломов металлов / Я.Б. Фридман, Т.А. Гордеева, А.М. Зайцев. – М.: Машгиз, 1960. – 128 с.
4. Металловедение и термическая обработка стали: справ. изд. в 3-х т. Т.1. Методы испытания и исследований / Под ред. М.Л. Бернштейна, А.Г. Рахштадга. – М.: Металлургия, 1983. – 120 с.

3. МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ

Микроструктура – строение металла, выявляемое с помощью микроскопа. Для изучения микроструктуры необходимо подготовить

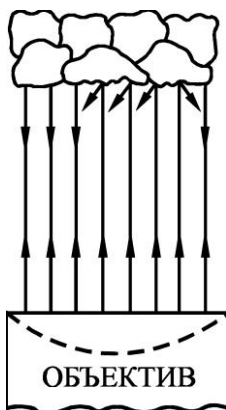


Рис. 3.1. Схема отражения световых лучей от поверхности микрошлифа

поверхность металла – сделать микрошлиф.

Поскольку металлы непрозрачны, то рассмотрение микроструктуры производят в потоке лучей, отраженных от исследуемой поверхности микрошлифа. Пучок лучей от искусственного источника света направляется на поверхность микрошлифа, отражается от нее и, пройдя через оптическую систему микроскопа, попадает в глаз наблюдателя.

Чем больше лучей отражает участок поверхности, тем светлее он выглядит (рис. 3.1). Границы между зернами (после травления) рассеивают лучи, поэтому они видны в виде темных линий. Если отдельные структурные составляющие отличаются по цвету, то их окраска видна в потоке отраженных лучей.

Впервые микроскоп для исследования металлов применил в 1831 г. русский ученый П.П. Аносов.

3.1. Методика приготовления микрошлифа

Процесс приготовления микрошлифа включает операции вырезки образца и подготовки его поверхности – шлифование, полирование, травление. В некоторых случаях, например при изучении неметаллических включений в сталях, под микроскопом исследуют поверхность микрошлифа в нетравленном состоянии.

Площадь поверхности образца, используемого для приготовления микрошлифа, обычно составляет 1–4 см, а его высота определяется удобствами манипулирования при шлифовании и полировании и равна 10–15 см. Вырезку образцов следует проводить так, чтобы не вызвать изменения структуры из-за нагрева или наклепа. Для

вырезки образцов используют отрезные станки с абразивными кругами и охлаждающую жидкость.

Получить плоскую поверхность, необходимую для шлифа, можно также путем токарной обработки, фрезерования, шлифования или опилования. Образцы небольших размеров или сложной конфигурации помещают в пластмассы или легкоплавкие сплавы, используя заливку или запрессовку в цилиндрические обоймы. Во многих отношениях удобен, прост и производителен метод холодной заделки образцов с помощью эпоксидных, полиэфирных и акриловых смол. Образцы устанавливают в металлические, пластмассовые или стеклянные кольца и заливают смесью смолы с отвердителем. Наиболее часто для холодной заделки шлифов применяют эпоксидные смолы, которые обладают достаточной твердостью, наименьшей объемной усадкой при отверждении и хорошо соединяются с большинством металлов.

При изготовлении шлифов из тонкого листового материала применяют также зажимы (струбцины) в виде двух стальных пластин толщиной 4–6 мм, которые стягиваются болтами. В зажиме можно монтировать сразу пакет из нескольких образцов.

Шлифование плоской поверхности образца производят бумажной шлифовальной шкуркой вручную или на шлифовальных станках (табл. 3.1).

Таблица 3.1

Характеристика зернистости бумажной шлифовальной шкурки

Номер шлифовальной шкурки (ГОСТ 6436-75)	25	16	12	10	8	6	5	4	M40
Размер абразивных частиц, мкм (ГОСТ 3647-80)	320-200	200-160	160-120	120-100	100-80	80-63	63-50	50-40	40-28

При ручном шлифовании шкурку помещают на плоское твердое основание (обычно толстое стекло). Образец прижимают шлифуемой поверхностью к шкурке и ритмично перемещают вперед по прямой линии. При механическом шлифовании шкурку закрепляют на вращающемся круге с помощью зажимных колец или клеевого покрытия на обратной стороне шкурки, а образец прижимают к

шкурке вручную или устанавливают в зажимное приспособление станка. При этом также образец не вращают. В результате этого как при ручном, так и при механическом шлифовании образуется ряд параллельных рисок, глубина которых соответствует размеру абразивных частиц.

Шлифование проводят, используя шкурку нескольких номеров с последовательно уменьшающейся зернистостью (предварительное грубое – на первых пяти номерах, а окончательное чистовое – на номерах 5-М40), причем во время шлифования следует сохранять одно и то же положение образца, чтобы все риски на его поверхности были параллельны. При переходе к шлифованию шкуркой следующего номера направление шлифования изменяют на 90° и проводят его до полного удаления всех рисок, образовавшихся во время предыдущей операции. Для оценки качества шлифования можно исследовать поверхность образца при переходе от одной ступени к другой под микроскопом. После каждой ступени шлифования поверхность должна быть покрыта равномерными по величине и отчетливо видимыми царапинами, никаких следов царапин от предыдущего шлифования наблюдаться не должно.

После каждой ступени шлифования поверхность образца следует тщательно очищать во избежание переноса сравнительно крупных частиц абразива на более мелкозернистый абразивный материал и на используемый в дальнейшем полировальный материал. Поэтому с целью удаления абразивных частиц после окончания каждой ступени шлифования образец промывается водой.

Полирование производится для удаления мелких рисок, оставшихся после шлифования, и получения гладкой, зеркальной поверхности микрошлифа. С этой целью применяют механический, электрохимический и химико-механические методы полирования.

Широко распространенное механическое полирование производят на вращающемся диске с натянутым полировальным материалом (мягкое сукно, фетр, драп или специальная ткань). В качестве абразивного вещества обычно применяется паста ГОИ, состоящая из оксида хрома со стеарином, олеиновой кислотой, содой и керосином, или водные суспензии очень мелких оксидов хрома, алюминия, железа или других металлов. При этом полировальный круг должен быть влажным, а нажатие на образец слабым.

Полирование осуществляют вручную или на автоматических станках. При ручном полировании образец непрерывно перемещают от центра к периферии круга, что обеспечивает равномерное распределение абразивного вещества и однородный износ полировального материала. Кроме того, образец периодически вращают или перемещают «восьмеркой», чтобы исключить образование «хвостов» около неметаллических включений и частиц выделившихся фаз.

Полирование считается законченным, когда поверхность образца приобретает зеркальный блеск и на поверхности микрошлифа под микроскопом не просматриваются риски и царапины. Полированный образец очищают от остатков абразива промыванием поверхности микрошлифа водой, затем протирают спиртом для удаления влаги, после чего просушивают фильтровальной бумагой.

Для выявления структуры полированного микрошлифа производится травление – химический вид обработки поверхности, заключающийся во взаимодействии электролитов (растворов кислот и солей, расплавы щелочей) с металлами. При этом на поверхности микрошлифа образуется рельеф, и при наблюдении под микроскопом сильно растворившиеся участки в связи с рассеиванием световых лучей представляются более темными, а нерастворившиеся ввиду более полного отражения световых лучей в объектив микроскопа – более светлыми. Так, например, перлит, состоящий из феррита и цементита, имеет более темный цвет, чем однородные зерна феррита.

Травление осуществляют погружением полированной поверхности шлифа в реактив или нанесением реактива на поверхность ваткой, пипеткой и т.д. Травление считается законченным, когда полированная поверхность станет слегка матовой. Затем быстро смывают реактив с поверхности шлифа водой, просушивают фильтровальной бумагой, протирают спиртом для удаления влаги и вновь просушивают фильтровальной бумагой.

Для выявления структуры полированного микрошлифа травление производится реактивами, различающимися по своему воздействию на разные структурные составляющие. Наиболее широко применяемые в металлографии реактивы, вызывающие избирательное растворение металлических или других фаз, а также их пограничных участков вследствие различия физических и химических свойств, приведены в табл. 3.2.

Таблица 3.2

Некоторые реактивы для химического травления микрошлифов

Наименование реактива	Состав реактива	Назначение
Спиртовой раствор азотной кислоты (реактив Ржеботарского)	1-5, обычно 4 мл азотной кислоты, 100 мл этилового или метилового спирта	Травление стали и чугуна
Спиртовой раствор пикриновой кислоты (реактив Ижевского)	3-5, обычно 4 г пикриновой кислоты (кристаллической), 100 мл этилового или метилового спирта	То же
«Царская водка»	Соляная и азотная кислота в соотношении 3:1	Травление нержавеющих сталей
Солянокислый раствор хлорного железа	5 г хлорного железа, 50 мл соляной кислоты, 100 мл воды	Травление меди, латуни, бронзы

3.2. Принцип действия и устройство металлографического микроскопа

Металлографический (световой, оптический) микроскоп – прибор для наблюдения и фотографирования структуры непрозрачных объектов в отраженном свете. Микроскоп представляет собой комбинацию двух увеличивающих систем: объектива и окуляра.

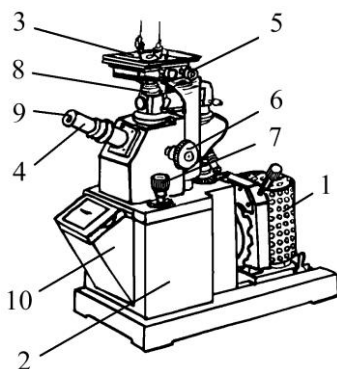


Рис. 3.2. Общий вид микроскопа МИМ-7

Металлографический микроскоп состоит из осветительной, механической и оптической систем (рис. 3.2).

К осветительной системе относятся: источник света – лампа накаливания 1, набор линз, светофильтров и диафрагм. Набор линз введен в осветительную систему для уменьшения рассеивания световых лучей и повышения четкости изображения. Диафрагмы ограничивают сечение светового луча и позволяют регулировать интенсивность освещения.

Механическая система состоит из корпуса 2, предметного столика 3, на который устанавливается микрошлиф, и визуального тубуса 4. Для наблюдения различных участков поверхности микрошлифа предметный столик можно перемещать в горизонтальной плоскости в двух взаимно перпендикулярных направлениях винтами 5. Предметный столик с микрошлифом может перемещаться в вертикальном направлении для предварительного наведения на фокус макрометрическим винтом 6, а для точной фокусировки – микрометрическим винтом 7.

Набор светофильтров в виде цветных и матовых стеклянных пластинок позволяет отфильтровать лучи требуемой длины волны, уменьшить хроматическую aberrацию и повышать четкость изображения. Кроме того, при работе на микроскопе следует учитывать, что глаза человека обладают повышенной чувствительностью к желто-зеленым цветам.

Оптическая система является основной системой микроскопа. Она состоит из системы вмонтированных в корпус 2 призм и зеркал, обеспечивающих определенное направление лучей в микроскопе, сменных объективов 8 и окуляров 9 для визуального наблюдения и фотографирования структуры, прилагаемых в комплекте к микроскопу; фотокамеры 10.

Набор сменных объективов и окуляров позволяет менять увеличение микроскопа, которое определяется произведением увеличения объектива на увеличение окуляра (табл. 3.3).

Таблица 3.3

Характеристика объективов и окуляров микроскопа МИМ-7

ОБЪЕКТИВЫ		ОКУЛЯРЫ					
		На матовом стекле			При визуальном наблюдении		
		7 ^X	10 ^X	15 ^X	7 ^X	10 ^X	20 ^X
F=23,2	A=0,17	(70)	120	160	(60)	90	130
F=13,9	A=0,30	(115)	200	270	(100)	140	200
F= 8,2	A=0,37	200	340	450	170	240	360
F= 6,2	A=0,65	(260)	440	600	(250)	320	500
F= 2,8	A=1,25	575	1000	1350	500	720	1080
F= 2,8	A=1,0*	575	1000	(1350)	500	720	(1440)

Примечания: 1. Заключенные в скобки объективы применять не рекомендуется.

2. Объектив, отмеченный*, используется только для светлого поля.

Основным элементом оптической системы является объектив, дающий действительное увеличенное обратное изображение рассматриваемой структуры. Окуляр лишь увеличивает изображение, получаемое объективом. При этом с помощью окуляра получается мнимое увеличенное прямое изображение структуры, выявленное объективом.

Объектив состоит из фронтальной плосковыпуклой линзы, дающей увеличение, и ряда коррекционных линз, предназначенных для уменьшения хроматической и сферической аберраций, возникающих при прохождении лучей через фронтальную линзу.

Хроматическая аберрация вызывается неодинаковым преломлением линзой лучей различного цвета, в результате чего луч белого света разлагается линзой на монохроматические лучи, которые не фокусируются в одной точке. В объективе для уменьшения хроматической аберрации белого света устанавливаются коррекционные линзы из специальных материалов, например, плавленого шпата (флюорита). Хроматическую аберрацию можно полностью устранить только применением монохроматического света.

Причина сферической аберрации заключается в том, что лучи, преломляемые краем линзы и ее центральной частью, не сходятся в одной точке, и изображение получается нерезким. Для уменьшения сферической аберрации объектив собирается из выпуклой и вогнутой линз, имеющих одинаковую, но различно направленную аберрацию.

В объективах, дающих большое увеличение, фронтальная линза имеет полушаровую форму, и сферическую аберрацию удается избежать путем помещения шлифа в апланатический фокус, т.е. в особую точку на оптической оси объектива. Такие объективы называются апланатами.

Все объективы в отношении оптических свойств делятся на ахроматы и апохроматы. Апохроматы более сложны, чем ахроматы, но зато дефекты изображения от аберраций у них сведены до минимума. Апохроматы одновременно являются апланатами. Из-за своей конструкции они дают не плоское, а несколько искривленное изображение, вследствие чего не представляется возможным получить одинаковую резкость в центре и по краям изображения. Поэтому при работе с апохроматами применяют компенсационные окуляры, исправляющие этот недостаток объектива.

В то же время объективы бывают сухие и иммерсионные. Объектив считается иммерсионным, когда между ним и микрошлифом находится слой жидкости, увеличивающий коэффициент преломления лучей (при использовании кедрового масла коэффициент равен 1,51).

Окуляры, прилагаемые к микроскопу, делятся на простые (Гюйгенса), компенсационные и проекционные. Простые окуляры применяются в сочетании с ахроматическими объективами, компенсационные с апохроматическими, а проекционные – при фотографировании.

Объективы обычно имеют увеличение от 9 до 95 раз, простые окуляры – от 3 до 15, а компенсационные – до 20 раз.

При работе на микроскопе микрошлиф помещают на предметный столик перед объективом, затем макро- и микрометрическими винтами перемещают в вертикальном направлении так, чтобы он находился немного дальше фокуса объектива. При этом последний дает увеличенное действительное изображение структуры, которое с помощью специальной линзы переносится в плоскость, близкую к фокусу окуляра. Он, действуя на луч, дает окончательное (увеличенное и мнимое) изображение структуры.

Разрешающая способность микроскопа и его полезное увеличение имеют важное значение в микроструктурном анализе металлов. Разрешающая способность определяет минимальные детали структуры, которые можно увидеть с помощью микроскопа. Она характеризуется минимальным расстоянием d между двумя соседними деталями структуры, которые еще могут быть различимы раздельно, не сливаясь. Разрешающая способность оптического микроскопа определяется дифракционными явлениями и при прямом освещении в отраженном свете соответствует условию

$$d = \lambda / 2n \cdot \sin \alpha = \lambda / 2A,$$

где λ – длина волны белого света, равная 0,55 мкм; n – показатель преломления между объективом и микрошлифом (для воздуха $n=1$, для кедрового масла $n=1,51$); α – угловая апертура объектива, равная половине угла, под которым виден зрачок объектива из точки микрошлифа, лежащей на оптической оси ($\alpha_{\max}=72^\circ$, $\sin \alpha_{\max}=0,95$); A – числовая апертура, равная $n \cdot \sin \alpha$.

При использовании иммерсионного объектива световые лучи, отразившись от поверхности микрошлифа под углом α , преломляются в кедровом масле и входят в объектив под значительно меньшим углом φ (рис. 3.3). Поэтому, чем больше n и α , тем выше разрешающая способность микроскопа.

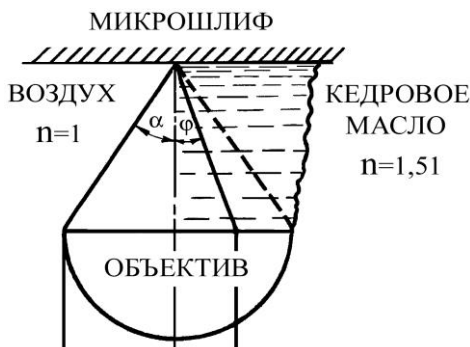


Рис. 3.3. Влияние коэффициента преломления среды на ход световых лучей в сухом и иммерсионном объективе

Максимальная разрешающая способность микроскопа (при использовании иммерсионного объектива) может составить $d=0,55/2-1,51-0,95 \approx 0,2$ мкм.

Поскольку разрешающая способность человеческого глаза d_1 составляет 0,3 мм, т.е. две точки видны для глаза раздельно, если расстояние между ними 0,3 мм = 300 мкм, тогда максимальное полезное увеличение, при котором полностью реализуется его разрешающая способность, равно $M=d_1/d=300/0,2=1500$. В соответствии с этим металлографические микроскопы имеют максимальное увеличение при визуальном наблюдении не более 1500 раз.

При исследовании структуры металла объектив выбирают, исходя из необходимого полезного увеличения микроскопа, определяемого из выражения $M=300/d'$, где d' – минимальный размер интересующих деталей структуры в мкм. Зная M , можно по табл. 3.3 определить соответствующую числовую апертуру и выбрать объектив и окуляр.

В практике металлографических исследований иногда приходится в ущерб разрешающей способности повышать контрастность изображения и увеличивать глубину резкости, характеризующую величиной вертикального смещения деталей микроструктуры, что не приводит к потере фокусировки; при более рельефной поверхности микрошлифа целесообразно использовать объективы с малой апертурой. Контрастность изображения растет до тех пор, пока общее увеличение микроскопа не превысит полезного увеличения. Поэтому увеличение окуляра не должно быть очень высоким, так как это вызовет различное изображение деталей структуры.

С помощью металлографического микроскопа может быть выполнен как качественный, так и количественный микроструктурный анализ, например, измерение величины зерна, размера включений графита в чугунах, глубины цементированного слоя и др.

Измерение деталей изучаемой структуры осуществляется с помощью окуляр-микрометра – окуляра, в который вставлено стекло с нанесенной шкалой. Цена деления окуляр-микрометра определяется увеличением микроскопа (произведением увеличений объектива и окуляра), для точного определения которого в качестве объекта используется специальная пластинка с микрометрической шкалой (объект-микрометр), на которой нанесены через каждые 0,01 мм деления на общей длине 1 мм (рис. 3.4).

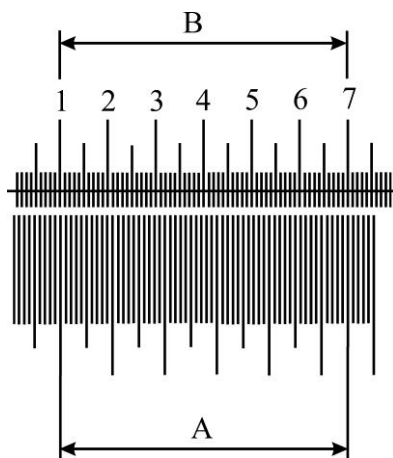


Рис. 3.4. Совмещение шкалы объект-микрометра (А) и окуляр-микрометра (В)

Для определения цены деления окуляр-микрометра на предметный столик вместо микрошлифа устанавливается объект-микрометр и после наведения на фокус происходит совмещение шкал обоих микрометров

Цена деления окуляр-микрометра равна $\text{Ц}_{\text{ОК}} = \text{Ц}_{\text{ОБ}} - A/B$,
где $\text{Ц}_{\text{ОБ}}$ – цена деления объект-микрометра, равная 0,01 мм;
A и B – число совмещенных делений объект-микрометра и окуляр-микрометра соответственно.

После определения цены деления окуляр-микрометра, им, как обычной линейкой можно измерить любой исследуемый элемент структуры микрошлифа, помещенного на предметный столик вместо объект-микрометра.

3.3. Микроструктурный анализ ковкого феррито-перлитного чугуна

Одним из объектов микроструктурного анализа в работе является ковкий ферритоперлитный чугун, состоящий из металлической основы в виде зерен перлита и феррита, и включений графита. В нетравленном состоянии (рис. 3.5, а) под микроскопом можно наблюдать светлое поле металлической основы ковкого чугуна и темные (черные) хлопьевидной формы графитные включения. Кроме того, на светлом поле металлической основы можно увидеть трещины, раковины, твердые и мягкие (со следами от них на поле металлической основы) неметаллические включения. После травления выявляется структура металлической основы. При наблюдении в микроскоп просматриваются темные (черные) графитные включения, светлые зерна феррита и темные (серые) зерна перлита (рис. 3.5, б).

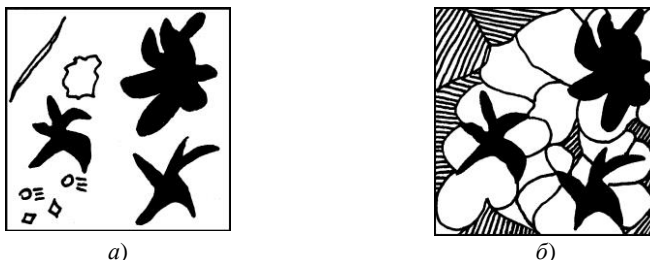


Рис. 3.5. Схема микроструктуры ковкого ферритоперлитного чугуна в нетравленном состоянии (а – металлическая основа и графит) и после травления 4% спиртовым раствором HNO_3 (б – перлит, феррит и графит) $\times 250$

При больших увеличениях микроскопа выявляется двухфазное строение перлита в виде светлых пластин феррита и цементита, которое и следует изображать на схемах микроструктур. Наблюдаемая картина строения ковкого чугуна обусловлена характером отражения световых лучей от различных участков структуры микрошлифа.

Выполнение работы

1. Уясните цель работы.
2. Изучите методические основы и приемы микроструктурного анализа металлов.
3. Изучите микроструктуру различных металлических материалов.
4. Подготовьте микрошлиф образца ковкого ферритоперлитного чугуна.
5. Изобразите схему структуры ковкого ферритоперлитного чугуна в нетравленном состоянии и после травления 4% спиртовым раствором НМОЗ.
6. Составьте отчет о работе:
 - 6.1. Цель работы.
 - 6.2. Определение микроструктуры, описание принципа видимости под металлографическим микроскопом.
 - 6.3. Краткое описание устройства металлографического микроскопа, определение его разрешающей способности и полезного увеличения, описание возможностей количественного микроструктурного анализа,
 - 6.4. Методика приготовления микрошлифа.
 - 6.5. Схема микроструктуры ковкого ферритоперлитного чугуна в нетравленном состоянии, его микроструктурный анализ.
 - 6.6. Методика травления микрошлифа.
 - 6.7. Схема микроструктуры ковкого ферритоперлитного чугуна после травления спиртовым раствором HNO_3 , его микроструктурный анализ.

Контрольные вопросы

1. Что называется микроструктурой?
2. На чем основан принцип видимости под металлографическим микроскопом?
3. Какие операции включает в себя процесс приготовления микрошлифа?
4. Какова методика приготовления микрошлифа?
5. Что можно наблюдать при рассмотрении в микроскоп микрошлифа в нетравленном состоянии?
6. С какой целью производится травление поверхности микрошлифа?
7. Какое изображение получается с помощью объектива и окуляра?
8. Что понимается под разрешающей способностью микроскопа, как определить его максимальное полезное увеличение?
9. Что можно наблюдать при рассмотрении в микроскоп микрошлифа после травления?
10. Как определить цену деления окуляр-микрометра, как измерить величину одного из элементов структуры?

Рекомендуемая литература

1. Геллер Ю.А. Материаловедение / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1989. – С. 26–76.
2. Лаборатория металлографии / Е.В. Панченко, Ю.А. Скаков, Б.И. Кример и др. – М.: Металлургия, 1965. – С. 11–171.
3. Металловедение и термическая обработка стали. В 3-х т. – Т.1. Методы испытания и исследования / Под ред. М.Л. Бернштейна, А.Г. Рахштадта. – М.: Металлургия, 1983. – С. 17–47.

4. КОЛИЧЕСТВЕННАЯ МЕТАЛЛОГРАФИЯ

Основной задачей металлографического анализа является идентификация (распознавание) изображений структуры на плоском микрошлифе. В настоящее время накоплен большой практический опыт металлографических исследований, позволяющий безошибочно идентифицировать наблюдаемые изображения структуры и правильно распознавать те или иные элементы структуры металлов и сплавов.

Другая важная задача анализа – стереологическая, сущностью которой является составление представлений об организации структуры в объеме по видимым плоским изображениям. Эта задача обязательно решается методами количественной металлографии, которые дают единственно правильное описание структуры в отличие от качественных методов, предполагающих приближенное описание такими терминами, как *крупный, мелкий, средний* и т.п. Дело в том, что дуализм *структура-свойства* является количественно строго определенным, то есть все свойства металлов и сплавов однозначно определяются особенностями организации их структуры и, в частности, размерами структурных элементов. Например, важнейшая характеристика металлов – предел текучести – функционально очень точно определяется через размеры структурных элементов универсальной зависимостью Холла-Петча

$$\sigma_T = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-1/2},$$

где σ_0 и k_y – константы материала; d – размер структурного элемента (например, диаметр зерна).

Широкому распространению весьма трудоемких методов количественной металлографии в значительной мере способствует применение специальных автоматических приборов для количественного анализа изображений, решающих задачу идентификации, стереологическую и метрологическую задачи. Сущность последней – определение наиболее достоверного значения измеряемой величины и пределов ее варьирования при заданной доверительной вероятности.

Для решения стереологических задач наибольшее применение находят линейный и точечный методы количественной металлографии, которые используются при определении таких параметров, как

объемная доля фазы или структурной составляющей, удельная поверхность границ зерен или фаз в сплаве, размер зерна и др.

Сущность линейного метода показывается рис. 4.1, где показан простейший вариант анализа с применением в качестве отсчетного устройства окуляр-микрометра. Осевая линия линейки окуляр-микрометра разделена на 100 частей.

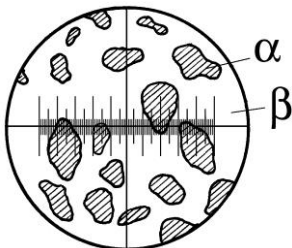


Рис. 4.1. Схема определения объемной доли α -фазы линейным методом

Суммарная длина отрезков этой линии, лежащих на α -фазе (на рис. 4.1 заштрихована), при показанном положении линейки равно 42 делениям ($12+2+9+9$). Объемную долю i -той фазы в линейном методе определяют по формуле

$$V_{\alpha} = \sum_{i=1}^n l_{i\alpha} / l,$$

где $\sum_{i=1}^n l_{i\alpha} / l$ – суммарная длина отрезков,

проходящих по α -фазе; l – длина базовой линии (в данном случае линейки окуляр-микрометра).

При этом для повышения точности вычислений следует выбирать тем большее увеличение микроскопа, чем меньше объемная доля искомой фазы. Для рассматриваемого случая V_{α} составляет 0,42 или 42%. Повторяя измерения на достаточно большом (не менее 25) числе полей зрения, получаем результат требуемой точности и достоверности. Этот же метод может быть реализован на серии из 10–15 снимков микроструктуры, на которые наносятся либо случайные секущие, либо, еще лучше, квадратная (упорядоченная) сетка. Длины отрезков, отвечающие искомой фазе, измеряются мерительным циркулем. Точность линейного метода, обусловленная числом измеренных в процессе анализа отрезков, зависит также от объемной доли исследуемой фазы или структурной составляющей, ее дисперсности, характера структуры и оценивается абсолютной ошибкой, которая вычисляется по формуле

$$\varepsilon = K \cdot t(P, n-1) \sqrt{\frac{V_{\alpha}(1-V_{\alpha})}{n}},$$

где n – число измеренных при анализе отрезков; K – коэффициент, зависящий от характера структуры; $t(P, n-1)$ – квантиль

распределения Стьюдента – нормированное отклонение, зависящее от доверительной вероятности Р (для обычно принимаемого при количественных исследованиях значения $P=0,5$, $t=0,6745$).

Коэффициент К в любом случае может быть принят равным 1. В случае, если сечения микрочастиц анализируемой фазы равноосны и распределены равномерно, коэффициент К можно снизить до 0,65. При полосчатой структуре (неметаллические включения на продольном микрошлифе, полосчатое расположение феррита или перлита и т.п.) коэффициент К очень сильно изменяется в зависимости от направления секущих линий относительно оси ориентации структуры. При перпендикулярном расположении секущей по отношению к оси ориентации К может быть снижен до 0,4.

Сущность точечного метода (метод А.А.Глаголева) иллюстрирует рис. 4.2, на котором показана двухфазная структура с наложенной на нее квадратной сеткой, имеющей 25 узловых точек. Из них восемь точек попали на участки микрошлифа, занятые α -фазой (на рис. 4.2 заштрихованы). Объемная доля определяется соотношением

$$V_{\alpha} = \frac{n_{\alpha}}{n},$$

где n_{α} – число точек, попавших на участки шлифа, занятые α -фазой;
 n – общее число узловых точек сетки.

В примере, представленном на рис. 4.2, объемная доля $V_{\alpha}=8/25$ или 0,32. Повторное положение сетки на другие кадры (поля зрения) позволяет определить объемную долю фазы с любой необходимой точностью и достоверностью.

Точность точечного метода, обусловленная общим числом использованных точек, зависит от объемной доли исследуемой фазы или структурной составляющей и оценивается абсолютной ошибкой, вычисляемой по формуле

$$\varepsilon = t(P, n-1) \sqrt{\frac{V_{\alpha}(1-V_{\alpha})}{n}}.$$

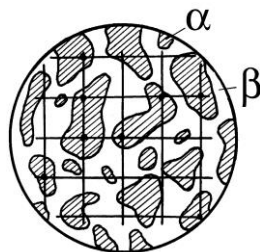


Рис. 4.2. Схема определения объемной доли α -фазы точечным методом

Располагая информацией об объемной доле структурных составляющих можно, например, определить содержание углерода в отожженной углеродистой стали.

В случае доэвтектоидной стали (в связи с весьма малым содержанием углерода в феррите) можно считать, что весь углерод находится в перлите

$$C = C_{\text{П}} \cdot V_{\text{П}},$$

где C и $C_{\text{П}}$ – содержание углерода соответственно в стали и в перлите ($C_{\text{П}} = 0,8\%$); $V_{\text{П}}$ – объемная доля перлита в стали.

Для заэвтектоидной стали

$$C = C_{\text{П}} V_{\text{П}} + C_{\text{ЦП}}(1 - V_{\text{П}}),$$

где $C_{\text{ЦП}}$ – содержание углерода во вторичном цементите, равное $6,67\% C$.

Универсальный показатель дисперсности, применяемый к структурам с любой формой микрочастиц – удельная поверхность (площадь граничной поверхности раздела фаз, отнесенная к единице объема гетерогенной структуры). Для определения удельной поверхности α -фазы $\sum S_{\alpha}$ ($\text{мм}^2/\text{мм}^3$) применяют метод случайных секущих, а величину $\sum S_{\alpha}$ оценивают отношением удвоенного числа точек пересечения случайных секущих линий с поверхностями соответствующей фазы m к длине секущей линии l :

$$\sum S_{\alpha} = \frac{2m}{l}.$$

Это соотношение справедливо для любой системы пространственных поверхностей независимо от их формы, расположения и ориентации. При этом принимается, что направление секущих линий случайно, вследствие чего равновероятен любой угол встречи в пространстве секущей с граничными поверхностями. Это требование выполняется для пространственно изометричных структур, лишенных преимущественной направленности. Относительную погрешность определения числа m или удельной поверхности $\sum S_{\alpha}$, выраженную в процентах, находят по формуле

$$\varepsilon_{\text{отн.}} = \left(\frac{K \cdot t(P, n - 1)}{\sqrt{m}} \right) \cdot 100\%,$$

где K – коэффициент, зависящий от характера структуры (равномерности распределения граничных поверхностей, наличия ориентации), формы секущей линии, равномерности распределения линий на плоскости шлифа.

Для многих случаев анализа K изменяется от 0,5 до 1,2. При использовании секущих в виде квадратной сетки на всей площади шлифа для структур, близких к изометрическим, можно считать $K=1$.

В двухфазных структурах (типа эвтектики или эвтектоида, мартенсит и остаточный аустенит) важным параметром является относительная удельная поверхность фазы, под которой понимают суммарную площадь поверхности микрочастиц данной фазы, отнесенную к ее объему. Этим параметром оценивается дисперсность отдельной фазы и ее термодинамическая устойчивость. Относительную удельную поверхность определяют методом случайных секущих в комбинации с точечным методом (рис. 4.3). Квадратная сетка накладывается на фотоотпечаток структуры и подсчитывается число точек пересечения секущих линий с поверхностями микрочастиц фазы, а также число узловых точек сетки, попавших на площади сечений частиц фазы. Относительную удельную поверхность находят из соотношения:

$$S_{\alpha} = \frac{\sum S_{\alpha}}{V_{\alpha}} = \frac{n}{l} = \frac{2m}{n_{\alpha}}.$$

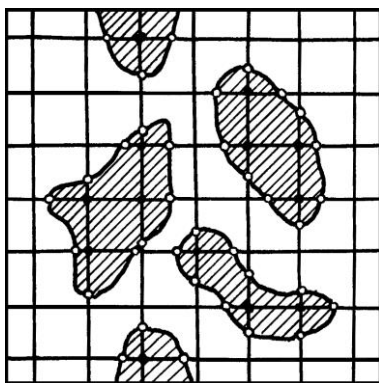


Рис. 4.3. Схема определения относительной удельной поверхности

В процессе выполнения анализа следует учитывать увеличение микроскопа.

Выполнение работы

1. Уясните цель работы.
2. Изучите методические основы и приемы количественной металлографии.
3. Определите линейным и точечным методом по микрофотографиям или их копиям объемную долю структурных составляющих (перлита и феррита) в отожженной доэвтектоидной углеродистой стали; оцените точность полученных результатов.
4. Вычислите с помощью информации об объемной доле структурных составляющих отожженной доэвтектоидной углеродистой стали содержание углерода в ней и определите ее марку.
5. Найдите, пользуясь диаграммой состояния железо-цементит и правилом отрезков, количественное соотношение структурных составляющих в доэвтектоидной углеродистой стали в равновесных условиях.
6. Определите удельную поверхность и относительную удельную поверхность феррита в отожженной доэвтектоидной углеродистой стали; оцените точность полученных результатов.
7. Составьте отчет о работе:
 - 7.1. Цель работы.
 - 7.2. Методические основы и приемы количественной металлографии.
 - 7.3. Результаты определения линейным и точечным методом объемной доли структурных составляющих в отожженной доэвтектоидной углеродистой стали; оценка точности полученных результатов.
 - 7.4. Данные о содержании углерода в стали и ее марке.
 - 7.5. Количественное соотношение структурных составляющих в этой стали, определенное по диаграмме состояния железо-цементит с помощью правила отрезков.
 - 7.6. Результаты определения удельной поверхности и относительной удельной поверхности феррита в отожженной доэвтектоидной углеродистой стали; оценка точности полученных результатов.
 - 7.7. Выводы на основании полученных результатов.

Контрольные вопросы

1. Укажите основные задачи металлографического анализа.
2. В чем заключается сущность линейного метода количественной металлографии?
3. Каким образом линейный метод количественной металлографии реализуется на практике?
4. В чем заключается сущность точечного метода количественной металлографии?
5. Каким образом точечный метод количественной металлографии реализуется на практике?
6. От чего зависит и как оценивается точность линейного и точечного метода количественной металлографии?
7. Как можно определить содержание углерода в отожженной углеродистой стали, пользуясь результатами вычисления объемной доли структурных составляющих?
8. В чем заключается сущность определения удельной поверхности?
9. Какова размерность удельной поверхности фазы?
10. Как определяется относительная удельная поверхность фазы?

Рекомендуемая литература

1. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография / С.А. Салтыков. – М.: Металлургия, 1976. – 272 с.
2. Пустовойт В.Н. Исследование структуры термически обработанной стали / В.Н. Пустовойт. – Ростов н/Д: РИСХМ, 1981. – 26 с.

5. СПЕЦИАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ МИКРОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

Под микроскопическим исследованием металла в металлографии понимают изучение внутреннего строения его с помощью микроскопов на специально подготовленных плоских поверхностях – шлифах.

Предназначаемая для микроскопического исследования поверхность – шлиф – должна быть тщательно обработана до получения зеркального блеска. Зеркально полированные тела отражают свет в соответствии с законом отражения, так что угол падения равен углу отражения.

В реальных металлографических образцах на отдельных элементах структуры (зернах или кристаллитах) в результате травления создается микрорельеф поверхности.

Наличие рельефа приводит к тому, что в некоторых направлениях отражения возникает разность фаз между лучами, отраженными от выступов и впадин рельефа, в результате чего эти участки представляются более темными (рис. 5.1). Если отдельные структурные составляющие отличаются по цвету, то их окраска видна в потоке отраженных лучей.



Рис. 5.1. Схема образования изображения рельефных границ зерен

Одним из самых современных металлографических микроскопов является МЕТАМ РВ, предназначенный для визуального наблюдения микроструктуры металлов, сплавов и других непрозрачных объектов в отраженном свете при прямом освещении в светлом и темном поле, а также для исследования объектов в поляризованном свете (5.2).

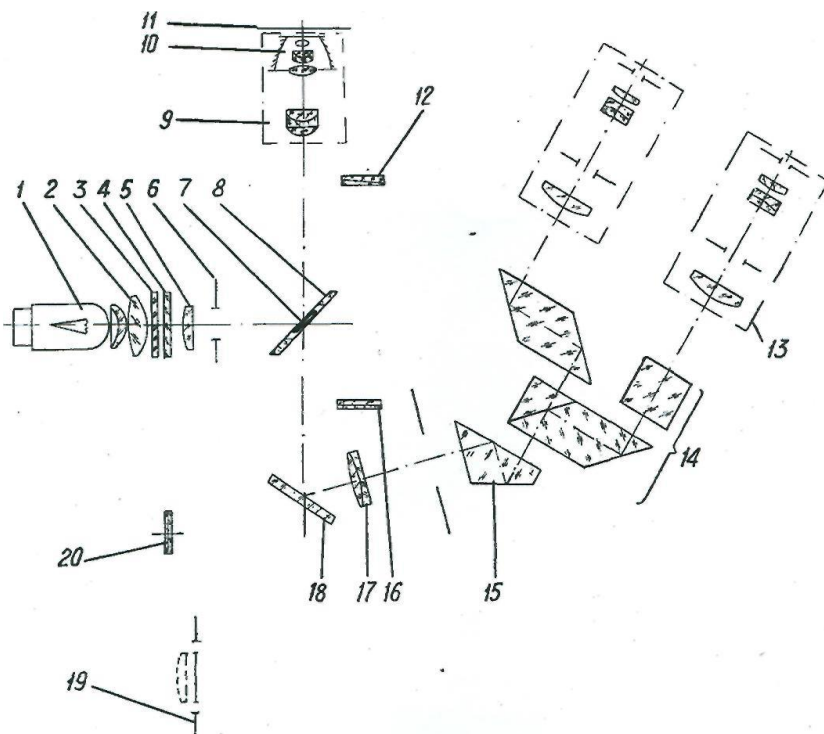


Рис. 5.2. Схема металлографического микроскопа METAM PB

Для получения равномерного освещения исследуемого объекта в светлом поле в ход лучей вводится осветительная линза 5 с матированной поверхностью, а для повышения контрастности изображения объекта вводится светофильтр 4. Для получения равномерного освещения в темном поле в ход лучей вводится заглушка ТП. При наблюдении в поляризованном свете в ход лучей вводятся отражатель 7, анализатор 16 и поляризатор 20. При наблюдении методом дифференциально-интерференционного контраста в ход лучей вводятся отражатель 7, анализатор 16, поляризатор 20 и призма 12.

Линейно поляризованный свет, выходящий из поляризатора, отражается от отражателя 7, попадает на двоякопреломляющую призмы 12, ориентированную в пространстве таким образом, что угол между плоскостью поляризации поляризатора 20 и осью приз-

мы 12 равен 45° , и, проходя через призму, расщепляется на два луча. Лучи, выходящие из призмы 12, поляризованные во взаимно перпендикулярных плоскостях и имеющие равные интенсивности, проходят через объектив 9 и попадают на объект 11, при отражении от которого возникает разность фаз этих лучей из-за неровностей поверхности. Отразившись от объекта и вновь пройдя через объектив и призму, лучи соединяются в плоскости локализации призмы, которая совмещена с задней фокальной плоскостью объектива. При вводе анализатора 16 достигается интерференция лучей. Получается двойное изображение объекта, однако, раздвоение настолько незначительно, что практически его не видно и объект воспринимается рельефным.

Для металлографического исследования в отраженном свете пользуются металломикроскопами с усовершенствованной оптикой, дающей возможность применять различные способы освещения исследуемого объекта (рис. 5.3).



Рис. 5.3. Общий вид микроскопа METAM PB

В современных металломикроскопах применяют следующие виды освещения: в светлом поле зрения, «косого освещения», в тем-

ном поле зрения, в поляризованном свете, освещение с фазовым контрастом, в ультрафиолетовых и инфракрасных лучах.

Для получения наиболее совершенного изображения исследуемого объекта при всех этих способах освещения на металломикроскопе необходимо создать такие условия во всей системе освещения и оптической системе, чтобы получить равномерно и полностью освещенное поле зрения; источник света должен быть по возможности свободен от вредных aberrаций и изображение и источник света должны находиться в одном и том же фокусе одновременно.

5.1. Работа в светлом поле зрения

Если исследуемый объект освещается так, что его отполированная поверхность, расположенная перпендикулярно оси объектива, отражает свет обратно в объектив, и если такая зеркальная поверхность преобладает, то объект при наблюдении в окуляр будет казаться светлым, а потому такой способ освещения носит название освещения при светлом поле зрения.

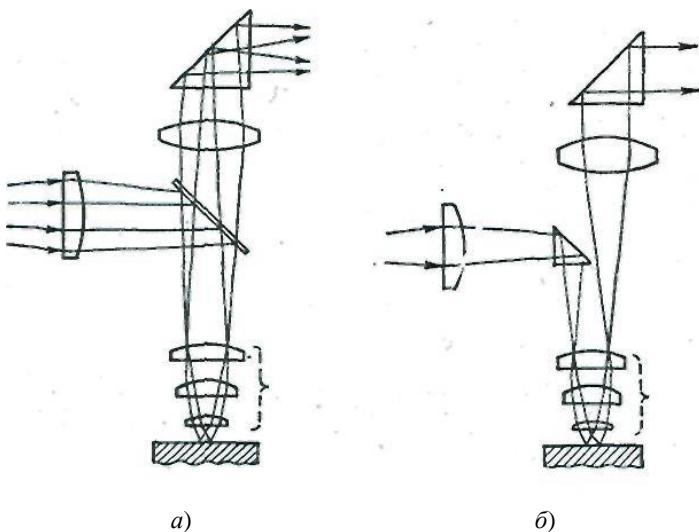


Рис. 5.4. Схема освещения с пластинчатым иллюминатором (а); схема освещения с призмным иллюминатором (б) (метод «косого освещения»)

Принцип освещения в светлом поле зрения заключается в том, что лучи от источника света, преломившись в системе линз, отражаются от тонкой плоскопараллельной стеклянной пластинки или призмы в объектив, падают на полированную поверхность объекта и, отразившись от нее, снова попадают в объектив, а затем в тубус и окуляр (рис. 5.4).

5.2. Метод «косого освещения» (в светлом поле)

При освещении призмным иллюминатором луч падает на поверхность объекта под некоторым небольшим углом, несколько косо, а потому такой способ освещения называется косым освещением (см. рис. 5.4).

При косом способе освещения получаются яркие и контрастные изображения, в этом его преимущество перед прямым освещением. Недостатком его является уменьшение разрешающей способности объектива, по этой причине такое освещение применяют главным образом при небольших увеличениях, при которых указанный недостаток не имеет особого значения. Также при косом освещении из-за некоторых геометрических искажений изображения не следует производить измерения величины зерен, отпечатков микротвердости.

При исследовании включений приходится широко пользоваться и тем и другим способом освещения.

5.3. Метод темнопольного освещения

Если зеркально отполированная поверхность объекта, расположенная перпендикулярно оси объектива, освещается таким образом, что свет падает на нее, минуя объектив и под некоторым достаточно большим углом (косо), а следовательно, и отражается под тем же углом, то отраженный свет не попадает в объектив и объект исследования кажется при наблюдении в окуляр темным (темное поле).

Если же на поверхности объекта (шлифа) окажутся места, которые по какой-либо причине (например, вследствие шероховатости) могут вызвать рассеяние света, то часть рассеянного света попадает в объектив, а затем в окуляр, и такие места будут четко вид-

ны на темном поле. Такой способ освещения называют освещением в темном поле зрения.

Для освещения в темном поле зрения применяется кольцевой конденсор с зеркально отражательной параболической поверхностью, расположенной кольцеобразно вокруг объектива (рис. 5.5). На пути лучей от источника света устанавливается кольцевая диафрагма 1, блокирующая центральный пучок лучей. Краевые пучки лучей падают на кольцевое зеркало 2, окружающее отражательную пластинку 3, которая отражает лучи на вогнутый зеркальный конденсор 4, собирающий их в плоскости исследуемого объекта. Так как центральная часть лучей блокирована экраном кольцевой диафрагмы, то лучи попадают на поверхность объекта, минуя объектив под большим углом, вследствие чего разрешающая способность объектива оказывается больше, чем при освещении в светлом поле зрения.

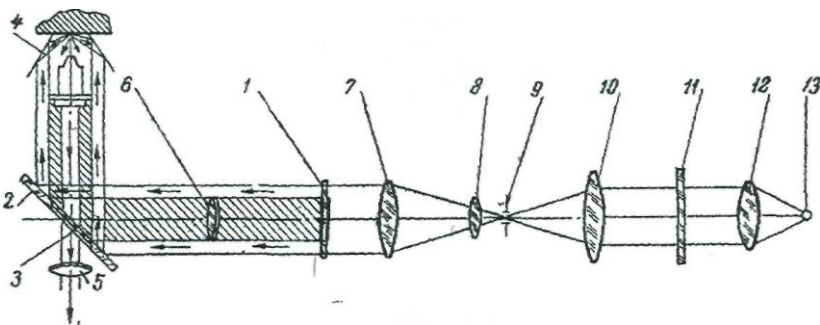


Рис. 5.5. Схема освещения в темном поле зрения:

1 – кольцевая диафрагма; 2 – зеркало; 3 – отражательная пластинка; 4 – конденсор темного поля; 5 – ахроматическая линза; 6 – линза № 3; 7 – линза № 2; 8 – линза № 1; 9 – апертурная диафрагма; 10 – откидная линза; 11 – тепловой фильтр; 12 – коллектор; 13 – источник света.

При идеально отполированной поверхности объекта исследования, нормальной к оси объектива, отраженные от нее лучи совсем не попадают в объектив, и такая поверхность при наблюдении в окуляр кажется совершенно темной. Неровная же поверхность с царапинами, выбоинами, шероховатостями (например, протравленная) рассеивает свет, часть которого попадет в объектив. Такие неровные участки поверхности четко видны в окуляр на темном фоне (темное поле). Таким образом, изображение при темном поле зрения будет обратным (негативным) изображению при светлом поле зрения.

5.4. Исследование в поляризованном свете

При исследовании металлов и сплавов поляризованный свет может быть применен для следующих целей:

- обнаружение зернистой структуры некоторых трудно травливаемых металлов не кубической системы (например, бериллия и урана, а также сплавов Cu-Si; Cu-As; Ca-Si и др.);
- определение предпочтительной ориентировки металлов и сплавов (текстуры);
- исследование оксидных поверхностных пленок;
- обнаружение внутренних напряжений и пластической деформации;
- фазовый анализ многофазных сплавов;
- определение включений в металлах и сплавах.

В поляризованном свете колебания происходят только в одном определенном направлении плоскости, перпендикулярно лучу света; колебания эти упорядочены (рис. 5.6).

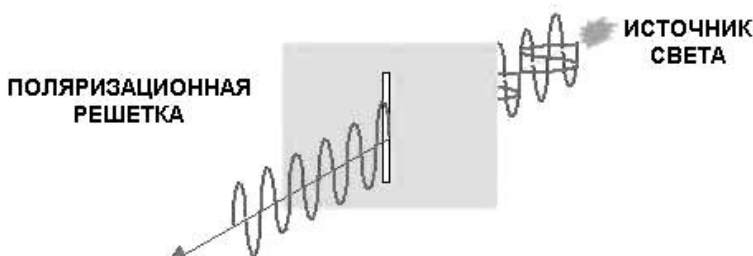


Рис. 5.6. Упорядочение колебания частиц поляризованного света в одной определенной плоскости

Таким образом, поляризация света – процесс, в результате которого мы имеем колебания в определенной избранной плоскости. Поляризованный свет применяют для исследования кристаллических тел, так как векториальность – основное свойство анизотропных кристаллов.

Поляризованный свет можно получить и отличить от обыкновенного света только при помощи особых приборов. В микроскопах для этой цели служат призмы Николя, чаще называемые просто николями или поляроидами. Николи изготавливают из прозрачных кри-

сталлов исландского шпата, кристаллизующегося в тригональной системе и обладающего свойством двойного лучепреломления.

Николь, поляризуя свет, служит как бы узкой щелью, через которую могут проходить колебания только одного направления. Если на николь падает обыкновенный свет, в котором колебания совершаются в любом направлении, то лучи с колебаниями, совпадающими с теми, которые пропускают николь, пройдут через него. Следовательно, при вращении николя вокруг направления распространения падающего на него света с другой стороны николя всегда будет виден свет. Это объясняется тем, что в обыкновенном свете всегда найдутся колебания, которые николь пропускает при любом его положении.

Если же на николь 2 падает поляризованный свет, т. е. если перед ним поставить другой николь 1 в параллельном к нему положении (так, чтобы направления пропускаемых тем и другим николями колебаний были параллельны), то световая волна, колебания которой совершаются в направлении, пропускаемом никодем 1 (в плоскости рисунка), преломится в никеле 2 и пройдет через него как бы по узкой щели (рис. 5.7, а). Таким образом, при параллельном положении николей со стороны николя 2 снова будет виден свет, падающий на николь 1 и проходящий через него. Если же повернуть николь 2 на 90° , то на него будет падать луч поляризованного света с колебаниями, совершающимися в направлении, перпендикулярном тем колебаниям, которые им пропускаются (рис. 5.7, б). В этом случае луч света пройти через николь 2 не сможет и, смотря на него с противоположной стороны, мы не увидим света.

Итак, если николи повернуты один относительно другого на 90° , т. е. при скрещенных николях «свет гасится вторым никодем».

Отсюда ясно, что николь 2 в системе двух николей 1 и 2 является анализирующим прибором, так как с его помощью можно определить, какой свет на него падает — обыкновенный или поляризованный — и в какой плоскости он поляризован, поэтому николь 2 называют анализатором. Николь же 1, который поляризует свет, называется поляризатором.

Анализатор задерживает (гасит) лучи только прямолинейно поляризованного света, лучи же эллиптически поляризованного света (а следовательно, и поляризованного по кругу) анализатор пропускает.

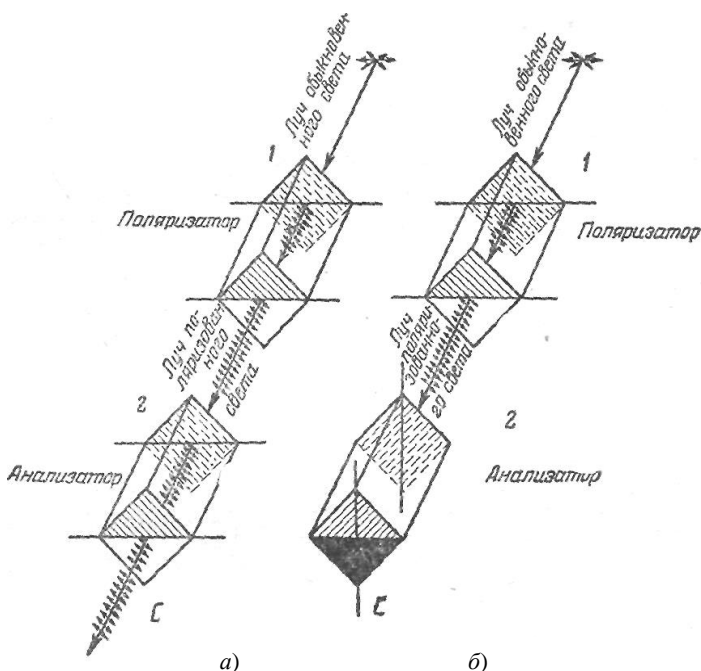


Рис. 5.7. Схема хода лучей при параллельных (а) и скрещенных (б) николях

Если изотропную поверхность осветить прямолинейно поляризованным светом, падающим нормально к этой поверхности, то такой свет отражается от нее неизменным, т. е. прямолинейно поляризованным, а следовательно, может быть полностью погашен анализатором при определенном его положении (при повороте на некоторый угол для скрещения николей).

Если луч света падает на изотропную поверхность не нормально, а под некоторым углом, то отраженный луч преобразуется из прямолинейного поляризованного в эллиптически поляризованный, который пропускается анализатором, поэтому нельзя получить полное затемнение при скрещенных николях.

Если же прямолинейно поляризованный луч падает нормально, но на анизотропную поверхность, то при отражении от нее он разлагается на два компонента, поляризованных параллельно и перпендикулярно к определенному кристаллографическому направле-

нию (оси симметрии анизотропного тела). Каждый из этих компонентов может претерпевать два изменения: 1) в амплитуде колебания (в интенсивности) и 2) один компонент может отставать от другого, т. е. создавать разницу в фазах.

В результате первого изменения происходит вращение плоскости поляризации, а в результате второго – превращение прямолинейно поляризованного света в эллиптически поляризованный.

Практическим результатом изменения в амплитуде колебания (интенсивности) является то, что при отражении получается компонент с плоскостью поляризации, перпендикулярной к плоскости поляризации падающего света. Следовательно, если поставить анализатор в скрещенное положение, при котором свет, отраженный от изотропной поверхности, гасится, то этот компонент пройдет через анализатор и будет наблюдаться в окуляр. Интенсивность этого компонента зависит от угла между осью симметрии кристалла (анизотропной поверхностью) и плоскостью поляризации падающего света и изменяется от минимума до максимума.

Если вращать образец вокруг оси, нормальной к его поверхности то всякая анизотропная поверхность, имеющая симметрию, покажет четыре положения минимума яркости и между ними четыре положения максимума яркости или, как говорят, четыре положения угасания и просветления.

Таким образом, вращением шлифа (или столика микроскопа) при скрещенных николях можно различить на его поверхности изотропные и анизотропные области: деформированные или специально обработанные зерна металла, отдельные фазы: например, выделения графита, некоторые карбиды и, наконец, анизотропные включения.

Эффект эллиптичности или вращения плоскости поляризации при отражении от анизотропных поверхностей обычно очень мал, поэтому для увеличения чувствительности глаза к этому эффекту необходимо: установить шлиф и осветительную систему правильно, т. е. так, чтобы свет падал на поверхность шлифа нормально, а не косо; погасить отраженные от анизотропной поверхности нормально падающие лучи, что достигается скрещиванием николей; по возможности устранить все боковые лучи, для чего применяют пластинки, изготовленные из двупреломляющего материала, например кварца, целлофановой бумаги, или же применяют диафрагмы различных конструкций.

Выполнение работы

1. Уясните цель работы
2. Изучите основы и приемы микроструктурного анализа, методы повышения контраста изображения при исследовании, устройство металлографического микроскопа МЕТАМ РВ, его технические характеристики и конструкционные особенности.
3. Изучите микроструктуру стали 09Г2С в светлом поле, темном поле и поляризованном свете с помощью микроскопа МЕТАМ РВ.
4. Составьте отчет о работе:
 - 4.1. Цель работы.
 - 4.2. Назначение микроскопа МЕТАМ РВ, его основные технические характеристики. Основные системы и устройства составляющие конструкцию микроскопа.
 - 4.3. Последовательность и процедура проведения основных операций при работе с микроскопом МЕТАМ РВ.
 - 4.4. Результаты практических занятий с микроскопом МЕТАМ РВ.

Контрольные вопросы

1. Каково назначение микроскопа МЕТАМ РВ?
2. Опишите основы и приемы микроструктурного анализа.
3. Назовите методы повышения контраста изображения при исследовании.
4. Каково устройство металлографического микроскопа МЕТАМ РВ, его технические характеристики и конструкционные особенности?
5. Опишите методику работы с микроскопом МЕТАМ РВ в светлом поле, в темном поле, в поляризованном свете.

6. ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫЙ МИКРОСКОП ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ МИКРОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ

Обычный световой микроскоп позволяет наблюдать увеличенное во много раз изображение поверхности исследуемого объекта. Схема простейшего светового микроскопа дана на рис. 6.1.

В этой схеме объект наблюдения *Obj* располагается в фокальной плоскости микрообъектива *МО*, который формирует промежуточное изображение объекта в бесконечности.

Чтобы наблюдатель мог увидеть это изображение, требуется дополнительная тубусная линза *L2* и окуляр *О*. Освещение объекта в микроскопе может осуществляться различными способами, один из них, примененный в схеме на рис.6.1, заключается в том, что объект освещается непосредственно через микрообъектив *МО*, посредством которого наблюдается изображение объекта (так называемый опак-иллюминатор). Для этого в оптический тракт микроскопа вводится светоделительная пластина или кубик *BS*.

Полупрозрачная грань этого кубика ориентирована таким образом, что отражает часть света, идущего от источника *S*, в направлении микрообъектива, а свет, отраженный назад от объекта, пропускает в направлении тубуса микроскопа. Другая часть излучения источника, прошедшая через светоделитель

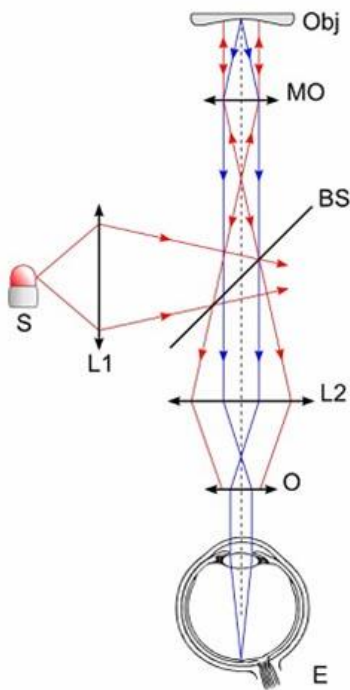


Рис. 6.1. Принципиальная схема микроскопа с освещением объекта через микрообъектив: *S* – источник света; *L1*, *L2* – линзы; *BS* – делительная пластина; *МО* – микрообъектив; *Obj* – объект; *О* – окуляр; *Е* – глаз наблюдателя

Следует отметить, что схема на рис. 6.1 лишь один из множества возможных вариантов конструкции микроскопа и в данном случае интересна тем, что была положена в основу микроинтерферометра, изучаемого в настоящей работе. Различные участки поверхности объекта имеют различную отражающую способность, чему могут быть различные причины. Например, рассеивающие и поглощающие свойства веществ, из которых состоит объект, и их спектральная зависимость приводит к появлению не только темных или светлых участков на микроскопическом изображении, но и к окрашиванию поверхности, наличие рельефа поверхности, при отражении от которого излучение выходит за пределы угловой апертуры микрообъектива и не возвращается в микроскоп, в результате чего участок поверхности выглядит темным.

Зачастую по микроскопическому изображению сложно разделить влияние тех или иных причин, приведших к формированию наблюдаемого в нем распределения освещенности. Более того, так называемые фазовые неоднородности объекта, изменяющие только фазу светового поля в изображении, не изменяют его освещенность. Это послужило одной из причин для разработки ряда методов контрастирования микроскопических изображений, таких как метод фазового контраста, флуоресцентная микроскопия, метод темного поля и метод интерференционной микроскопии.

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.

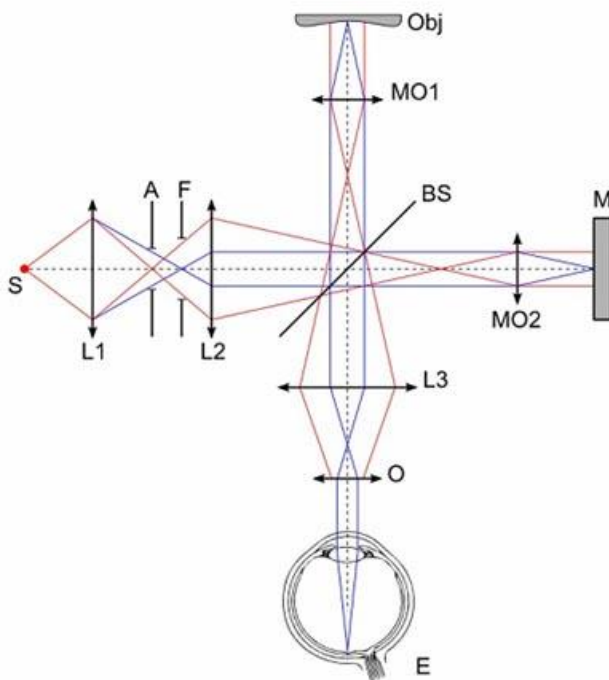


Рис. 6.2. Оптическая схема микроинтерферометра Линника:
 S – протяженный источник света; L1, L2, L3 – линзы; AF – диафрагмы;
 MO1 MO2 – микрообъективы; BS – светоделитель; Obj – объект;
 M – зеркало; O – окуляр; E – глаз наблюдателя

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 MO и зеркало, которые следует расположить так, как показано на рис. 6.2. 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.

6.1. Устройство интерференционного микроскопа

Разработано несколько схемных решений для интерференционного микроскопа. Оптическая схема интерференционного микроскопа Линника представлена на рис. 6.2. В качестве источника излучения используется протяженный источник белого света S – лампа накаливания или светоизлучающий диод. Осветительная система микроинтерферометра, состоящая из коллектора L1, апертурной диафрагмы А, полевой диафрагмы F и конденсора L2 устроена таким образом, что формирует изображение источника в передние фокальные плоскости микрообъективов MO1 и MO2 так, что объект Obj и опорное зеркало М освещаются параллельными пучками лучей, исходящими от разных точек источника и имеющих различный наклон относительно оптической оси, поскольку источник света имеет конечные размеры.

В обратном ходе лучей микрообъективы MO1 и MO2 строят изображения, соответственно, объекта Obj и зеркала М в бесконечности. Предметное и опорное оптические поля интерферируют, образуя в бесконечности изображение с интерференционными полосами. При помощи тубусной линзы L3 это изображение переносится в фокальную плоскость окуляра О. При этом изображения поверхности объекта, поверхности опорного зеркала и плоскость локализации интерференционных полос совмещены в одной плоскости.

Схема на рис. 6.2 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.

6.2. Формирование интерференционной картины

Интерференционная картина, возникающая на выходе микроинтерферометра, может быть рассмотрена как результат интерференции волн, распространяющихся от двух вторичных источников, являющихся изображениями протяженного источника S (рис. 6.3). Взаимное расположение этих источников определяет вид интерференционных полос – их период и ориентацию.

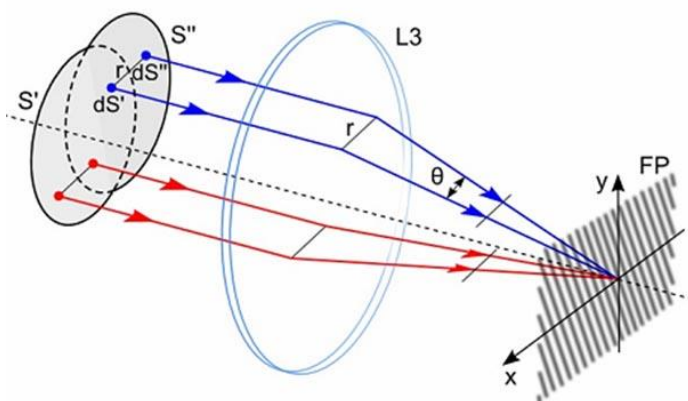


Рис. 6.3. К процессу формирования интерференционной картины на выходе микроинтерферометра: S' , S'' – вторичные источники, смещенные друг относительно друга; dS' , dS'' – соответственные элементарные точечные источники на поверхности вторичных источников S' и S'' ; r – расстояние, на которое один источник смещен относительно другого; $L3$ – тубусная линза; FP – фокальная плоскость тубусной линзы $L3$, совмещенная с фокальной плоскостью окуляра

Чтобы понять механизм формирования интерференционной картины в данной схеме следует обратиться к рис. 6.3, на котором изображены два вторичных источника S' и S'' . При этом условимся,

что в качестве объекта используется зеркало, что несколько упростит анализ.

Так как в микроинтерферометре используется протяженный источник света S , то вторичные источники так же будут протяженными. Оба вторичных источника при этом можно разбить на бесконечно большое число пар взаимнокогерентных соответственных элементарных точечных источников dS' и dS'' . Эти источники будут давать в фокальной плоскости тубусной линзы $L3$ интерференционную картину, как показано на рис. 6.3, период которой Λ определяется углом θ , $\Lambda \approx \lambda_0/\theta = \lambda_0 f_3/r$, где λ_0 – центральная длина волны источника излучения, а f_3 – фокусное расстояние линзы $L3$.

Угол θ , в свою очередь, определяется расстоянием r между источниками S' и S'' , $\theta \approx r/f_3$, а ориентация интерференционных полос определяется ориентацией этого отрезка – полосы перпендикулярны направлению взаимного сдвига источников. Иными словами, вид интерференционной картины полностью определяется взаимным положением источников dS' и dS'' .

Следует заметить, что в такой схеме для любой пары соответственных точечных источников dS' и dS'' будут формироваться идентичные интерференционные картины с одинаковым периодом и ориентацией. В этом можно убедиться, выполнив необходимые геометрические построения.

В фокальной плоскости линзы $L3$ происходит точное наложение интерференционных картин от всех пар элементарных источников, что приводит к формированию контрастной результирующей интерференционной картины в этой плоскости от целых источников S' и S'' . Вне этой плоскости между интерференционными картинками от элементарных соответственных источников возникает поперечный сдвиг, приводящий к снижению контраста и, в конце концов, полному исчезновению общей интерференционной картины.

Поскольку фокальная плоскость линзы $L3$ оптически сопряжена с плоскостью зеркала M , интерференционная картина в микроинтерферометре локализована в плоскости изображения зеркала M . Окуляр O служит для наблюдения интерференционной картины глазом. При этом увеличенное четкое изображение поверхности объекта и интерференционные полосы наблюдаются одновременно.

Период и ориентация интерференционных полос зависят от взаимного расположения вторичных источников S' и S'' . Каким обра-

зом в интерференционном микроскопе реализуется возможность изменения взаимного расположения этих источников? Традиционным способом создания на выходе интерферометра Майкельсона интерференционной картины в полосах конечной ширины служит наклон зеркала в одном из плеч интерферометра на малый угол, в результате чего разность хода между интерферирующими полями изменяется в направлении, перпендикулярном оси наклона одного зеркала относительно другого.

Этот способ можно применить и в интерференционном микроскопе. Однако наклон зеркала М в опорном плече микроинтерферометра будет приводить не только к смещению изображения вторичного источника, даваемого микрообъективом МО2, но и к растяжению этого изображения в направлении, перпендикулярном оси наклона зеркала М, что приводит к его декорреляции по отношению ко вторичному источнику, формируемому микрообъективом МО1 в предметном плече интерферометра. Этот процесс можно проиллюстрировать при помощи схемы на рис. 4а, из которой видно, что расстояние между изображениями элементарных источников dS_1' и dS_2' в фокальной плоскости микрообъектива МО2 увеличилось по сравнению с расстоянием между элементарными источниками dS_1 и dS_2 .

В соответствии со схемой на рис. 6.3 это приводит к изменению угла θ , определяющего период интерференционной картины. В результате в фокальной плоскости линзы L3 происходит наложение интерференционных картин, имеющих различный период и результирующая интерференционная картина, наблюдаемая на выходе интерферометра, будет иметь вид, изображенный на рис. 6.4,а. Из него видно, что интерференционные полосы наблюдаются не во всем поле зрения микроскопа, а лишь в центральной его части, при снижении контраста полос на периферии поля зрения.

Чтобы исключить проявление этого эффекта был предложен иной способ формирования интерференционных полос конечной ширины, принцип которого проиллюстрирован на рис. 6.4,б.

Предположим, что один из микрообъективов, например микрообъектив МО2 в опорном плече интерферометра, смещен с оптической оси на величину 2γ , как показано на рис. 6.4,б. Это приводит к тому, что изображение источника S" в передней фокальной плоскости микрообъектива МО2 смещается на величину γ относительно изображения источника S', даваемого несмещенным микрообъекти-

вом МО1 в предметном плече интерферометра. Это справедливо как для источников в целом, так и для элементарных источников, каждый из которых смещается относительно соответственного ему элементарного источника на одну и ту же величину r . В этом случае, если используется квазимонохроматический источник излучения, интерференционные полосы наблюдаются во всем поле зрения микроскопа.

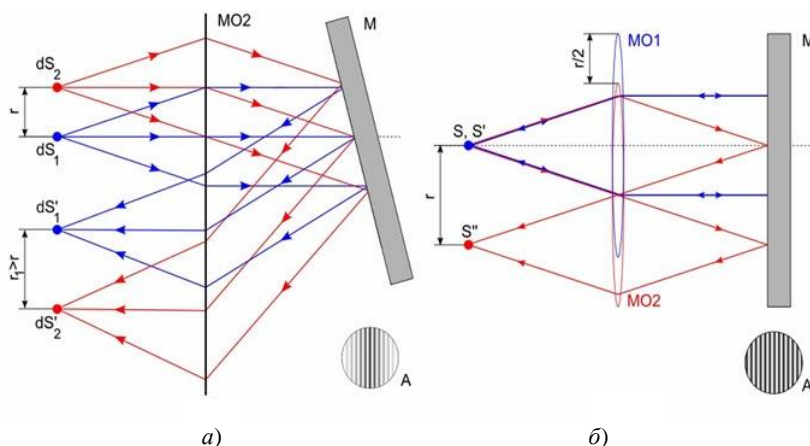


Рис. 6.4. Два способа формирования полос конечной ширины в микроинтерферометре: *a* – наклон зеркала в опорном плече интерферометра; dS_1 , dS_2 – два элементарных источника на поверхности промежуточного источника S на расстоянии друг от друга: dS_1' , dS_2' – изображения элементарных источников dS_1 , dS_2 соответственно, даваемые микрообъективом MO_2 при наклоне зеркала M в опорном плече интерферометра на расстоянии $r_1 > r$ друг от друга; *б* – смещение микрообъектива в опорном плече микроинтерферометра с оптической оси: S – промежуточное изображение источника, даваемое осветительной системой; S' – изображение вторичного источника, формируемое микрообъективом MO_1 предметного плеча интерферометра; S'' – смещенное изображение вторичного источника, формируемое смещенным с оптической оси микрообъективом MO_2 опорного плеча интерферометра; M – зеркало; A – вид интерференционных полос конечной ширины, наблюдаемых в обоих случаях на выходе интерферометра

Из рис. 6.4,б следует, что при смещении зеркала M вдоль оптической оси, например, на величину Δz_M , изображение вторичного

источника S'' не смещается, но колебания в точке S'' испытывают временную задержку $\Delta t = 2\Delta z_M/c$, связанную с дополнительной разностью хода $\Delta = 2\Delta z_M$. Это вызывает соответствующее смещение интерференционных полос в поле зрения микроскопа. Смещение зеркала на величину $\lambda_0/2$ вызовет смещение интерференционной картины на выходе интерферометра на одну целую полосу.

Если вместо зеркала в предметном плече интерферометра находится объект, имеющий неровную поверхность, это вызовет локальное изменение разности хода интерферирующих полей, в результате чего полосы сместятся не во всем поле зрения, а лишь в том месте, где есть неровность поверхности. В этом месте возникнет локальное искривление полос, по виду которого можно судить о высоте, или глубине неровности.

6.3. Техническое устройство, внешний вид и органы управления интерференционного микроскопа Линника МИИ-4

В работе используется серийно выпускаемый интерференционный микроскоп Линника МИИ-4, общий вид которого изображен на рис. 6.5. К верхнему торцу основания 1 привинчена полая цилиндрическая колонка 2, на которой установлен предметный столик 3. При помощи двух микрометрических винтов 4 столик можно перемещать в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Столик также можно поворачивать вокруг вертикальной оси и стопорить винтом 5.

В колонке 2 под углом к вертикальной оси расположен визуальный тубус, в который можно устанавливать окуляр или окуляр-микрометр 6 для визуальных наблюдений, или окулярную цифровую видеокамеру для регистрации изображения.

Фокусировка микроскопа на объект, а также перестройка начальной разности хода в интерферометре осуществляется перемещением интерференционной головки при вращении микрометрического винта 7. Интерференционная головка укреплена на внутреннем стекле микроинтерферометра.

Левая часть головки включает в себя осветитель 8 и трубку 9, в которой собрана оптическая часть осветителя. В трубке установлена горизонтально выдвигающаяся пластина 10 с тремя отверстиями,

в двух из которых закреплены светофильтры для получения монохроматического света. Среднее, свободное отверстие используется при работе в белом свете. Вращением кольца *11* с накаткой изменяется диаметр отверстия апертурной диафрагмы осветительной части микроскопа.

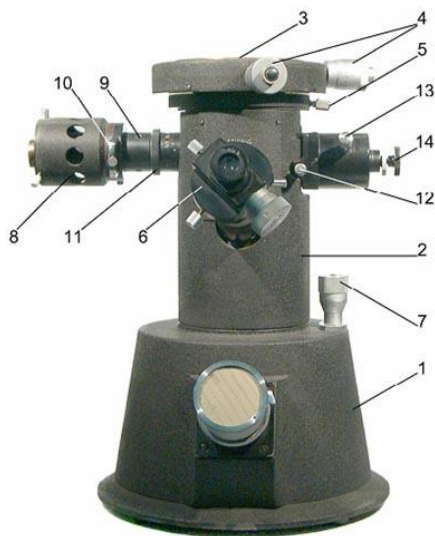


Рис. 6.5. Внешний вид и элементы управления микроинтерферометра МИИ-4

В среднюю часть интерференционной головки ввинчен объектив МО (МО1 на рис. 6.2). В корпусе средней части собрана интерференционная часть микроскопа. Рукоятка *12* служит для переключения из режима интерферометра в режим микроскопа. В последнем случае опорное плечо интерферометра перекрывается посредством шторки. В правой части интерференционной головки имеются устройства для изменения периода и ориентации интерференционных полос. Период полос изменяется вращением винта *13* вокруг его оси. Изменение направления полос производится этим же винтом путем вращения его вокруг оси интерференционной головки. Винт *14* служит для смещения интерференционных полос в поле зрения микроскопа.

Выполнение работы

Приборы и принадлежности: интерференционный микроскоп МИИ-4, окуляр-микрометр, цифровая окулярная видеокамера, объект-микрометр, набор образцов.

1. Настройка микроинтерферометра и калибровка окуляр-микрометра и окулярной видеокамеры с использованием объект-микрометра

Перед выполнением задания следует положить исследуемый образец на предметный столик рабочей поверхностью вниз, включить лампу и выполнить первоначальную регулировку положения источника, контролируя качество освещения по картине, наблюдаемой в окуляр микроскопа. Стрелка на рукоятке 12 при этом должна стоять вертикально. С помощью микрометрического винта 7 сфокусироваться на исследуемую поверхность.

Поворотом рукоятки 12 включить опорное плечо интерферометра; после этого в поле зрения микроскопа должны появиться интерференционные полосы. Если изображение интерференционных полос недостаточно контрастное, поворотом кольца 11 следует уменьшить отверстие апертурной диафрагмы осветительной части. При необходимости выполнить дополнительную настройку освещения для получения максимально яркой и равномерной засветки поля зрения.

Вращением винта 13 вокруг его оси изменить период интерференционных полос, поворотом этого же винта вокруг оси интерференционной головки изменить наклон интерференционных полос, после чего можно приступить к калибровке окуляр-микрометра и окулярной видеокамеры.

Для выполнения процедуры калибровки на предметный столик микроинтерферометра следует положить объект-микрометр, представляющий собой стеклянную пластинку с нанесенными на нее штрихами с известной толщиной и периодом. Рассматривая увеличенное изображение объект-микрометра через окуляр-микрометр и используя паспортные данные объект-микрометра определить цену деления внутренней шкалы окуляр-микрометра и шкалы микрометрического винта.

Не убирая объект-микрометр, снять окуляр-микрометр и установить на тубус микроскопа окулярную видеокамеру. Используя

штатное программное обеспечение камеры, вывести микроскопическое изображение на экран монитора компьютера. Используя паспортные данные объект-микрометра, рассчитать цену деления одного пикселя изображения, получаемого с окулярной камерой.

2. Определение периода интерференционных полос

Зная цену деления шкалы окуляр-микрометра и цену деления одного пикселя изображения, даваемого окулярной камерой, определить период интерференционных полос, наблюдаемых в интерференционном микроскопе при помощи окуляр-микрометра и камеры, объяснить причину отличий.

Измерения повторить несколько раз, меняя при помощи винта 13 период интерференционных полос.

3. Определение высоты микрорельефа поверхности образца

В режиме интерферометра найти на поверхности образца участок, содержащий неровности, вызывающие различное глазом искривление интерференционных полос, выделить одну из них и вывести при помощи микрометрических винтов 4 в середину поля зрения.

Определить, с помощью окуляр-микрометра и окулярной камеры, величину смещения интерференционных полос на неровности и, зная центральную длину волны источника излучения λ_0 , рассчитать высоту микрорельефа.

Измерения провести как в белом свете, так и в монохроматическом, воспользовавшись цветными фильтрами.

4. Определение высоты макрорельефа поверхности образца

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. Для этого на микроскопическом изображении необходимо выделить некоторый участок на поверхности исследуемого объекта и вывести, используя микрометрические винты 4 предметного столика, этот участок на перекрестие шкалы окуляр-микрометра.

Затем, пользуясь микрометрическим винтом 7, вывести центральную ахроматическую полосу точно в центр поля зрения также до полного совпадения с перекрестием шкалы окуляр-микрометра. При этом удобно, чтобы полосы были ориентированы горизонтально, или вертикально. Снять показания микрометрических винтов 4 и 7.

Используя микрометрические винты предметного столика 1 сместить изображение объекта так, чтобы в перекрестии шкалы окуляр-микрометра оказался другой участок поверхности объекта, после чего винтом 7 снова установить ахроматическую полосу на перекрестие шкалы окуляр-микрометра. Снять новые показания микрометрических винтов 4 и 7.

Разность первого и второго показаний винта 7 указывают геометрическую разность высот поверхности образца в выбранных точках, а разность показаний винта 4 – поперечное расстояние между этими точками.

Описанную процедуру повторить для 15–20 точек поверхности образца, лежащих на одной прямой, и по полученным данным построить профиль поверхности объекта вдоль этой прямой.

5. Определение оптической толщины прозрачного слоя

Слоистый прозрачный образец (например, покровное стекло, слой скотча на стекле) положить на предметный столик микроскопа. Сфокусироваться на верхнюю поверхность образца, отметить положение интерференционных полос, снять показание винта 7. Затем про помощи винта 7 сместить интерференционную головку микроскопа до тех пор, пока не появится изображение нижней поверхности слоя и интерференционные полосы, соответствующие этому слою.

Продолжая вращать винт 7, установить интерференционные полосы в положение, в котором они были при фокусировке на первую границу слоя, снять показания новое показание винта 7.

Разность начального и конечного показаний микрометрического винта 7 даст значение оптической толщины прозрачного слоя.

Описанную процедуру повторить для 15–20 точек поверхности образца, лежащих на одной прямой, и по полученным данным построить профиль поверхности объекта вдоль этой прямой.

6. Определение оптической толщины прозрачного слоя

Слоистый прозрачный образец (например, покровное стекло, слой скотча на стекле) положить на предметный столик микроскопа. Сфокусироваться на верхнюю поверхность образца, отметить положение интерференционных полос, снять показание винта 7. Затем при помощи винта 7 сместить интерференционную головку микроскопа до тех пор, пока не появится изображение нижней поверхно-

сти слоя и интерференционные полосы, соответствующие этому слою.

Продолжая вращать винт 7 установить интерференционные полосы в положение, в котором они были при фокусировке на первую границу слоя, снять показания новое показание винта 7.

Разность начального и конечного показаний микрометрического винта 7 даст значение оптической толщины прозрачного слоя.

Описанную процедуру повторить для 15–20 точек поверхности образца, лежащих на одной прямой, и по полученным данным построить профиль толщины слоя вдоль этой прямой.

Контрольные вопросы

1. Нарисуйте схему микроскопа с опак-иллюминатором и системой освещения объекта по Келлеру.

2. Объясните принцип работы интерференционного микроскопа и нарисуйте оптическую схема микроинтерферометра Линника.

3. Объясните причину формирования в микроинтерферометре интерференционной картины в полосах конечной ширины? От чего зависят период и наклон интерференционных полос? Возможно ли в интерферометре Линника получить полосы бесконечной ширины?

4. Какие существуют способы получения интерференционных полос конечной ширины в микроинтерферометре? В чем их отличие?

5. Чем отличаются режим наблюдения интерференционной картины в квазимонохроматическом и белом свете? В каких случаях следует применять тот или иной вариант освещения?

Рекомендуемая литература

1. Захарьевский А.Н. Интерферометры / А.Н. Захарьевский. – М.: Оборонгиз, 1952. – 296 с.

2. Коломийцов Ю.В. Интерферометры. Основы инженерной теории, применение / Ю.В. Коломийцов. – М.: Машиностроение, 1976. – 296 с.

3. Чуриловский В.Н. Теория оптических приборов / В.Н. Чуриловский. – М.: Машиностроение, 1966. – 564 с.

4. Прикладная оптика / А.С. Дубовик, М.И. Апенко, Г.В. Дурейко и др. – М.: Недра, 1982. – 612 с.

5. Борн М. Основы оптики / М. Борн, Э. Вольф; пер. с англ. – М.: Наука, 1973. – 720 с.

7. ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ И ПРИЕМЫ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ МЕТАЛЛОГРАФИИ МАТЕРИАЛОВ

7.1. Основные теоретические представления об установке ИМАШ-20-75

7.1.1. Общие сведения

Установка ИМАШ-20-75 предназначена для исследования микроструктуры с одновременным измерением электрического сопротивления в процессе испытания на усталость металлов и сплавов при знакопеременном изгибе с частотами нагружения 3 и 3000 циклов в минуту и нагреве до 1200°C в вакууме от $1 \cdot 10^{-5} \div 5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст и в защитных газовых средах.



Рис. 7.1. Установка ИМАШ-20-75

Технические данные:

1. Нагрев исследуемого образца производится радиационным способом при излучении от молибденового нагревателя, а также, с помощью непосредственного пропускания тока через образец.

2. Установка обеспечивает возможность проведения прямого наблюдения микроструктуры поверхности и измерения электрического сопротивления образцов, нагретых до 1200 °С (но не выше 0,8 температуры плавления изучаемого материала) при увеличении до 200 крат (можно и более опционально).

3. Измерение температуры образцов осуществляется с помощью платинородиевых термопар диаметром 0,3 мм, спаи которых прикрепляют точечной электросваркой к поверхности образца в «горячей» зоне. Точность поддержания температуры нагрева образца при проведении испытаний составляет 0,5% (при грубой регулировке) и порядка $\pm 1^\circ\text{C}$ (при точном автоматическом регулировании).

4. Деформирование образцов осуществляется по схеме, приближенной к чистому изгибу, с частотами нагружения 1 или 3000 циклов/мин при максимальной амплитуде деформации, обеспечиваемой перемещением подвижного захвата на 15 мм от его нейтрального положения при малоцикловом нагружении 6 мм при многоцикловом.

5. Предусмотрена возможность автоматической записи изменения электрического сопротивления образцов в процессе опыта с точностью до 0,02% при комнатной температуре; при повышенных температурах точность измерения понижается.

6. Степень разрежения в рабочей камере должна быть в пределах $1 \cdot 10^{-5} \div 5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. при холодном образце. Допускаемое натекание в рабочую камеру не более $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. л/с.

7. Предусмотрена возможность проведения испытаний в защитных газовых средах при избыточном давлении до 0,2 атм.

8. Для проведения испытаний применяются плоские образцы прямоугольного сечения; одна из поверхностей образца подготавливается для металлографического исследования (рис. 7.2).

9. Для наблюдения и фотографирования микроструктуры образцов используется вертикальный металлографический микроскоп типа МВТ (рис. 7.3) снабженный объективом МИМ-13-С0, фотоокулярами 7^х, 10^х, 17^х, а также микрофотонасадками МФН-8 и МФН-12

для съемки на пластинки 9×12 см и киноленту шириной 35 мм соответственно.

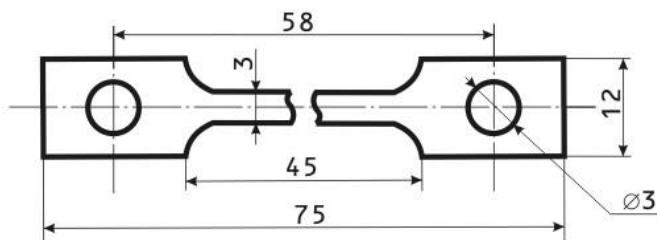


Рис. 7.2. Форма и размеры образца для проведения испытаний на установке ИМАШ-20-75



Рис. 7.3. Металлографический микроскоп типа МВТ

10. Система водяного охлаждения установки состоит из двух цепей: 1-я цепь – пароструйный насос и термоэлектрическая ловушка; 2-я цепь – крышка, корпус и другие водоохлаждаемые элементы рабочей камеры. Установка укомплектована пультом водяного охлаждения, монтируемым на стене и соединенным резиновыми шлангами с системами подачи и отвода воды. Давление подводимой

воды должно быть в пределах 1–2 атм. Общий расход воды составляет до 5 л/мин.

11. Питание установки осуществляется от трехфазной сети напряжением 220 или 380 В и частотой 50 Гц. Потребляемая мощность при максимальной нагрузке составляет около 5 кВт, а при холостом ходе – (при работающей системе откачки) – около 2 кВт.

12. Габаритные размеры установки: 1140 × 790 мм, высота 1220 мм; габаритные размеры приборного блока 1250 × 445 мм, высота 1935 мм; форвакуумный ротационный насос РВН-20 с глушителем имеет габаритные размеры 700 × 430 мм, высота 630 мм.

13. Вес установки составляет около 600 кг, приборного блока примерно 150 кг и форвакуумного насоса 30 кг.

7.1.2. Конструкция установки

Внешний вид пульта управления установки ИМАШ-20-75 представлен на рис. 7.4.



а)



б)

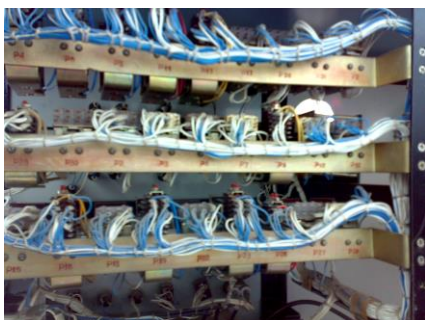
Рис. 7.4. Внешний вид пульта управления установки ИМАШ-20-75 :
а – вакуумметр ВИТ-2-П; *б* – микроскоп МВТ; *в* – система управления стробоскопическим освещением образца; *г* – пульт управления нагреванием, нагревом, заслонками и насосами; *д* – реле пульта управления; *е* – преобразователь манометрический термодатный и ионизационный (окончание см. на с. 71)



в)



г)



д)



е)

Рис. 7.4. Окончание

На панели пульта управления находятся рукоятки управления вакуумметром типа ВИТ-2П, блока стробоскопического освещения, счетчик числа смен пластин и следующие кнопки:

- Сеть
- Нагрев образца
- Ротационный насос
- Стоп крышки камеры
- Вверх крышки камеры
- Вниз крышки камеры
- Открыть затвор
- Закреть затвор
- Откачка камеры
- Откачка системы
- Нагружение вверх левый
- Нагружение вверх правый
- Нагружение вниз левый
- Нагружение вниз правый

7.1.3. Вакуумно-компрессионная система установки

Откачка воздуха и газов из камеры осуществляется пароструйным масляным насосом типа ЦВЛ-100, снабженным радиационным нагревателем (электроплиткой). Насос соединен через электромагнитный вакуумный клапан типа ЭКМУ с масляным ротационным насосом типа РВН-20. Для предотвращения попадания паров масла из насоса в рабочую камеру предусмотрена термоэлектрическая вакуумная ловушка типа ТВЛ-100.

Впуск воздуха в камеру (при загрузке и извлечении образца) и в насос (после его остановки) производится с помощью электромагнитного клапана плунжерного насоса.

Для предотвращения натекания воздуха в пароструйный насос, он снабжён вакуумным вентилем с одной стороны и вакуумным клапаном – с другой.

Остаточное давление в рабочей камере измеряется манометрическими лампами: термопарной лампой типа ЛТ-2 (для определения остаточного давления до 10^{-3} мм рт. ст.) и ионизационной лампой типа ЛМ-2 (при разрежении в пределах 10^{-3} – 10^{-6} мм рт. ст.). Обе лампы соединены с вакуумметром типа ВИТ-1А-11. Вакуумная система установки обеспечивает разрежение в рабочей камере $1 \cdot 10^{-5} \div 5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст.

7.1.4. Система нагрева исследуемого образца

В установке ИМАШ-20-75 нагрев образца осуществляется за счет тепла, излучаемого нагревателем. Нагреватель выполнен из листового молибдена или тантала толщиной 0,3 мм и с помощью контактных колодок соединен водоохлаждаемыми электродами, проходящими через уплотнения в дне вакуумной камеры. При пропускании через нагреватель электрического тока промышленной частоты низкого напряжения, обеспечивается возможность нагрева до 1200 °С образца, помещаемого внутри нагревателя.

Для измерения температуры образца используются три проводочные платинородий – платиновые термопары диаметром 0,3 мм. Спаи термопар с помощью точечной электросварки присоединены к верхней грани образца в средней его части.

Выводы термопар через 6-позиционный переключатель поочередно подключаются к электронному автоматическому потенциометру типа ПСП1-03, с помощью которого производится включение и выключение напряжения, подводимого к первичной обмотке, установленного в цепи нагрева образца силового трансформатора.

7.1.5. Устройство для изучения исследуемого образца

Для наблюдения и фотографирования микроструктуры образцов непосредственно в процессе испытания на усталость применен металлографический микроскоп типа МВТ с объективом МИМ-13-СО, имеющим рабочее расстояние 59,22 мм и апертуру 0,27.

В крышке камеры находится смотровое плоскопараллельное стекло диаметром 50 мм и толщиной 2 мм.

Для защиты смотрового стекла от перегрева в моменты, когда не производятся наблюдения за микроструктурой образца, предусмотрена подвижная шторка, управление которой осуществляется через рычажное устройство электромагнитным толкателем.

Защита смотрового стекла от осаждения на нем конденсата испаряющихся с поверхности образца частиц в процессе микроструктурных исследований производится плоскопараллельными кварцевыми стеклами, перемещаемыми по лотку, в котором имеется смотровое отверстие. Стекла поступают на лоток и перемещаются по нему (по мере запыления) с помощью устройства, приводимого в действие вращением вала с помощью маховичка, находящегося вне вакуумной камеры. Вал проходит через вакуумные уплотнения в стенке рабочей камеры и имеет червячную резьбу, по которой перемещается гайка имеющая поводок. Последний кинематически связан с рамкой, служащей для захвата стекол, подаваемых пружиной из магазинного устройства. Бункер служит для сбора отработанных стекол. В магазинном устройстве размещены 40 плоскопараллельных стекол размером 40 × 20 мм и толщиной 0,8 мм.

В установке ИМАШ-20-75 предусмотрена возможность измерения электрического сопротивления образца в процессе испытания на усталость. С этой целью к концам образца с помощью контактной электросварки присоединены два токопровода; измерение электрического сопротивления производится в рабочей части образца между двумя потенциальными выводами.

7.1.6. Электрическая схема установки

Основными элементами электрической схемы установки ИМАШ-20-75 является цепи нагрева образца, стабилизации температуры, стробоскопического освещения образца, измерения и записи электрического сопротивления образца, питания ротационного и паромасляного насосов.

Потребляемая установкой мощность от трехфазовой сети напряжением 220/380В и частотой 50 Гц не превышает 5 кВА.

7.2. Практика высокотемпературного анализа металлов

7.2.1. Подготовка образца для испытаний

Подготовка рабочей поверхности исследуемых образцов (см. рис. 7.1) производится путем шлифования и последующего механического и электролитического полирования. Последнее является наиболее рациональным для целей высокотемпературной металлографии, так как обеспечивает удаление поверхностного слоя, искаженного в результате предварительной механической обработки образца. Глубина удаляемого электрополировкой слоя обычно составляет 0,10–0,15 мм.

В ряде случаев полированные образцы подвергают химическому или электролитическому травлению для выявления микроструктуры; кроме того, предварительное травление облегчает выбор на поверхности образца зоны наблюдения за микростроением при пониженных температурах испытания.

На «сварочном электроде», размещенном в рабочей камере установки, к образцу прикрепляются с помощью точечной электросварки токовые и потенциальные электропроводы и, в зависимости от условий опыта, спай одной или двух термопар.

После проверки механической прочности изготовленных спаев образец укрепляется в зажимах нагружающего устройства. При этом подвижный захват системы нагружения устанавливают в нейтральное положение и, после проверки механической прочности изготовленных спаев, образец укрепляют в зажимах нагружающего устройства.

Перед началом откачки рабочей камеры необходимо убедиться в целостности каждого электропровода, для чего включают систему

измерения электрического сопротивления; после этого производят вакуумирование рабочей камеры и нагрев образца.

Для предотвращения напыления на смотровое стекло испаряющихся при высоких температурах с поверхности образца частиц служат защитные стекла, перемещаемые по лотку из жаропрочного сплава; в лотке предусмотрено смотровое отверстие диаметром 7 мм. Стекла поступают на лоток из магазинного устройства и перемещаются по нему (по мере их запыления) с помощью штока, выведенного из рабочей камеры через подвижное вакуумное уплотнение и совершающего возвратно-поступательное движение с рабочим ходом 40 мм.

В магазинном устройстве могут быть размещены 40 плоскопараллельных стекол размером 40×20 мм и толщиной 0,8 мм. Количество остающихся в магазине стекол (по мере их использования) определяется по показаниям механического счетчика типа СЕ-65. И использованные стекла помещаются в специальный сборник, находящийся в рабочей камере.

Для закрывания смотрового отверстия в лотке (в те моменты, когда не производится фотографирование микроструктуры или измерение деформации образца) служит молибденовая шторка. Перемещение шторки осуществляется при помощи электромагнита, обмотка которого расположена снаружи вакуумной камеры. Рабочий ход электромагнита составляет 10–12 мм.

7.2.2. Проведение откачки

После установки образца в зажимах нагружающего устройства закрывают крышку рабочей камеры, затягивают крепёжные болты и приступают к откачке.

Откачка воздуха и газов из рабочей камеры производится в следующем порядке:

1. Перекрывают вакуумные краны установки, после чего включают ротационный насос, при этом на индикаторной панели должны гореть сигнальные лампы: Сеть, красные лампы № 1, 2, 3, 4.

2. После 1–2 мин работы ротационного насоса «на себя» открывают вакуумный клапан «откачка системы», после чего должен загореться зелёный цвет на индикаторной панели №4 через 5–10 мин открывают вакуумный вентиль (затвор), после чего должна загореться зелёная лампа №3, через 20–30 мин работы насоса в рабочей камере должно быть остаточное давление не выше 5×10^{-2} мм рт. ст.

3. Открывают водяной вентиль в цепи диффузионного насоса «охлаждение насоса» (давление воды должно быть в пределах 1–2 атм.) (кран установлен на стене).

4. После 5 мин. включают насос УВЛ-100 (переключатель «пароструйный насос»), загореться красная лампа №5; примерно через 1 час работы насоса должен быть достигнут вакуум 5×10^{-5} мм рт. ст., а через 1,5–2 часа разрежение в рабочей камере должно составлять $1 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-6}$ мм рт. ст.

7.2.3. Нагрев образца

После создания необходимого разрежения в вакуумной камере открывают водяной вентиль «Охлаждение камеры», устанавливают давление воды в пределах 1–2 атм. и, используя рукоятку трансформатора осуществляют нагрев образца до заданной температуры. Необходимо убедиться в правильном охлаждении камеры и отсутствии потёков воды.

7.2.4. Определение степени разряжения

Для правильной работы вакуумметра ВИТ необходимо включить его до начала работы и дать ему прогреться. Справа находится пульт ионизационного преобразователя, его нельзя включать пока степень разряжения не будет в пределах 5–0,1 Па. Слева пульт управления термопарным преобразователем. После включения левого преобразователя ему необходимо прогреться в течение 1 часа, при этом рукоятка «тока нагревателя» должна быть в крайнем левом положении (на минимум). Для измерения давления необходимо установить рычаг в положение «ток нагревателя» на паспортное значение (112), после переключить на измерение. Когда стрелка зашкалит или будет на отметке 8–9 можно включать ионизационный преобразователь. Перед использованием необходимо ознакомиться с инструкцией к ВИТ.

7.2.5. Выключение установки

После окончания опыта выключают систему измерения электрического сопротивления, затем систему регулирования температуры и, наконец, нагрев образца.

Выключение системы откачки производится в следующем порядке:

1. После охлаждения образца до достаточно низкой температуры, обеспечивающей отсутствие наблюдаемого в микроскоп окисления его поверхности (100–200 °С в сплавах на основе железа и никеля) выключают пароструйный насос и закрывают водяной вентиль «Охлаждение камеры».

2. Примерно через 1 час после отключения пароструйного насоса (т.е. после остывания его нагревателя) выключают термоэлектрическую ловушку, перекрывают водяной вентиль «Охлаждение насоса» и вакуумный вентиль «Откачка системы» и закрывают вакуумный затвор;

3. Выключают ротационный насос и открывают вакуумный вентиль «откачка камеры».

Ни в коем случае не следует открывать вентиль «Откачка» до разгрузки рабочей камеры.

Перед разгрузкой рабочей камеры для сообщения вакуумной системы с атмосферой открывают вакуумный вентиль «Откачка», освобождают прижимной винт и с помощью домкрата поднимают и отводят в сторону крышку камеры с микроскопом.

С целью уменьшения адсорбции водяных паров из атмосферного воздуха стенками камеры (что значительно замедляет скорость последующей откачки) не следует оставлять рабочую камеру открытой в течение длительного времени. В этой связи необходимо обратить особое внимание на своевременное отключение водяного охлаждения камеры (до ее разгрузки).

Необходимо периодически производить откачку воздуха и газов из рабочей камеры с помощью ротационного насоса (а иногда также и пароструйного насоса и термоэлектрической ловушки) даже во время перерывов в работе установки. В этих случаях после прекращения работы насосов вакуумный вентиль «Откачка» должен быть перекрыт.

7.2.6. Проверка работы системы откачки

Безотказная работа системы откачки является одним из основных условий успешного проведения экспериментов на установке ИМАШ-20-75. С этой целью периодически проверяют работу ваку-

умных насосов термоэлектрической ловушки и вентилях, а также герметичность вакуумных соединений рабочей камеры.

При нормальной работе системы откачки остаточное давление при холодном образце, достигаемое с помощью ротационного насоса РВН-20, должно быть не выше 5×10^{-2} мм рт. ст. через 20–30 мин., а при работе пароструйного насоса ЦВЛ-100 и термоэлектрической ловушки ТВЛ-100 – в пределах 5×10^{-6} мм рт. ст. примерно через 3 часа после начала откачки. Однако низкое остаточное давление в рабочей камере, получаемое вследствие применения сравнительно мощной системы откачки, не свидетельствует об отсутствии натекания воздуха в вакуумную систему. Допускаемая величина натекания, обеспечивающая в большинстве случаев предотвращение окисления поверхности металлических образцов при нагреве, составляет 5×10^{-5} мм рт. ст. л/с.

Проверку натекания осуществляют после пробного нагрева образца, охлаждения пароструйного насоса и выключения термоэлектрической ловушки, т.е. при разрежении $(1 \div 2) \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст.

Натекание воздуха в рабочую камеру установки ИМАШ-20-75 (с объемом вакуумной системы 10 л) определяют по формуле:

$$\Delta Q = \frac{10 \Delta P}{\Delta t}, \text{ мм рт. ст.} \cdot \text{л/с},$$

где $\Delta P = P_{\text{кон}} - P_{\text{нач}}$ – изменение остаточного давления в вакуумной камере, мм рт. ст.; Δt – интервал времени между отсчетами $P_{\text{нач}}$ и $P_{\text{кон}}$, с.

Отсчеты $P_{\text{нач}}$ и $P_{\text{кон}}$ производят по показаниям вакуумметра ВИТ-1А с применением термопарной лампы ЛТ-2.

Если величина натекания превышает допустимое значение, приступают к определению зон натекания. В качестве наиболее простого и надежного метода выявления участков натекания воздуха в рабочую камеру установки ИМАШ-20-75 может быть рекомендовано нанесение с помощью марлевого тампона или пульверизатора на исследуемые участки вакуумной системы легко испаряющихся жидкостей (например, ацетона). О проникновении через негерметичную зону паров этих жидкостей судят по показаниям вакуумметра ВИТ-1А с применением лампы ЛМ-2 (предварительно производится откачка воздуха и газов из рабочей камеры с помощью пароструйного насоса).

Значительно более совершенным является обнаружение натекания в вакуумные системы с помощью гелиевых течеискателей (ЛТК-4А, ПТИ-6 и др.).

Весьма эффективным способом обнаружения зон натекания воздуха в рабочую камеру установки является применение вакуумных заглушек, последовательная установка которых позволяет надежно локализовать источник течи.

Различные способы определения зон натекания воздуха в вакуумные системы достаточно подробно описаны в технической литературе.

Выполнение работы

1. Уясните цель работы.
2. Ознакомьтесь с назначением установки ИМАШ-20-75, её техническими характеристиками и конструкционными особенностями.
3. Изучите последовательность и процедуру проведения операций при работе с установкой: установка образца, откачка воздуха, нагрев, контроль вакуума, выключение.
4. Проведите внешний осмотр установки. Найдите кнопки и узлы, описанные в методическом пособии.
5. Под руководством преподавателя (лаборанта) приступайте к практическим занятиям с установкой. Строго следуйте изложенным ранее инструкциям.
6. Составьте отчет о работе.

Контрольные вопросы

1. Каково назначение установки ИМАШ-20-75?
2. Какие основные характеристики установки вы знаете?
3. Назовите основные системы и устройства составляющие ИМАШ-20-75?
4. Перечислите последовательность основных операций при работе с установкой?
5. Как производится подготовка образца для установки?
6. Назовите операции для откачки воздуха?
7. Как осуществляется нагрев образца?
8. Как определяют степень разрежения вакуума?
9. Перечислите операции при выключении установки?
10. Как провести проверку работы системы откачки?

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

8.1. Устройство и принцип действия электронного микроскопа

По своему принципиальному устройству оптический и электронный микроскопы имеют много общего. Стеклянным линзам, используемым в оптическом микроскопе, в электронном соответствуют электрические или магнитные линзы; матовой пластинке соответствует флуоресцирующий экран.

На рис. 8.1 представлена фотография колонны просвечивающего электронного микроскопа, на рис. 8.2 схематически представлено устройство электронного и оптического микроскопов.



Рис. 8.1. Внешний вид просвечивающего электронного микроскопа

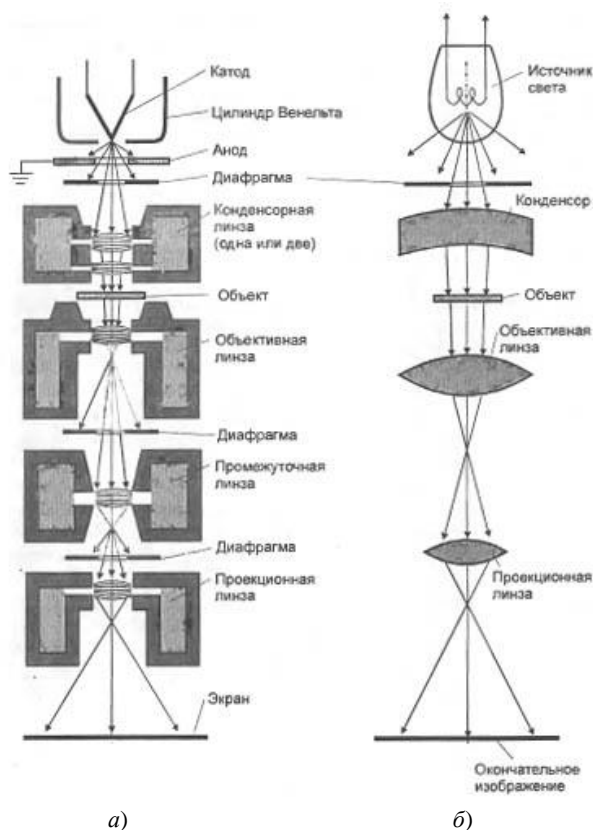


Рис. 8.2 Оптическая схема просвечивающегося электронного (а) и оптического (б) микроскопа

Основная часть электронного микроскопа – колонна представляет собой вакуумный металлический цилиндр, в котором последовательно расположены вольфрамовая нить (катод), металлическая пластина с отверстием посередине (анод), ряд магнитных линз, люминесцентный экран и фотографическая пластинка.

Ток, проходящий через вольфрамовую нить, нагревает её и вызывает эмиссию электронов. Высокое отрицательное напряжение, приложенное к нити, создает большую разность потенциалов между нитью и заземленной пластиной анода. Разность потенциалов уско-

ряет движение электронов в направлении к аноду. Часть электронов проходит через отверстие в центре анода (центральную апертуру) и образует электронный луч, направляющийся по колонне микроскопа. Электронный луч, сфокусированный первой магнитной линзой (конденсорной), освещает объект. Большая часть электронов проходит через объект без отклонения, однако некоторая часть их рассеивается тяжелыми атомами и дефектами объекта и выбирается из общего электронного луча. В результате формируется такая структура выходящего луча, которая при повторной фокусировке преобразуется в изображение объекта. Электроны, прошедшие через объект, фокусируются второй магнитной линзой (объективной) в увеличенное изображение объекта. Далее он снова увеличивается третьей магнитной линзой (проеекционной) и проецируется на люминесцентный экран.

Изображение можно сфотографировать, если поднять люминесцентный экран, чтобы луч попал на фотографическую пластину. Напряжение для ускорения потока электронов в большинстве просвечивающих микроскопов достигает 50 кВ. Используемые для исследования объекты очень тонкие, причем толщина зависит от природы исследуемого материала и ускоряющего напряжения в микроскопе. В практической электронной микроскопии при напряжении 100 кВ толщина образцов составляет Ю'МО⁶ мм, рабочее разрешение отечественных микроскопов 0,3–1,0 нм. Электронные микроскопы обладают несравнимо большим увеличением по сравнению с обычными оптическими микроскопами и являются значительно более сложными и дорогостоящими приборами.

Основными характеристиками электронного микроскопа являются увеличение и разрешающая способность. Под электронно-оптическим увеличением понимают отношение линейного размера изображения, полученного непосредственно в микроскопе, к линейному размеру соответствующего элемента объекта. Разрешающая способность определяется наименьшим расстоянием между двумя деталями объекта, раздельно изображаемыми в электронном микроскопе. В качестве микрообъекта-эталоны используют кристаллическую решетку (разрешающая способность по кристаллической решетке) или микрочастицы на реплике (разрешающая способность по точкам).

Особенности просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) – высокая разрешающая способность и разнообразие рабочих режимов, незаменимых для структурного анализа. Эти преимущества особенно важны при изучении сложной структуры композиции основной металл – покрытие. Применяя различные изображения объекта, можно выделить и изучить вклад, вносимый в формирование контраста каждой отдельной микроструктурой.

8.2. Методика препарирования фольг

Наиболее простым и распространенным методом получения тонких металлических фольг является утонение массивных образцов. Исходные заготовки – металлические диски диаметром 3 мм и толщиной 0,5–0,6 мм – отрезают на отрезном станке от предварительно термообработанного прутка. Затем производят механическую шлифовку образцов на абразивной бумаге до толщины 0,1–0,12 мм, после чего заготовки полируют электролитически. Электролитическую полировку производят в специальном пинцете из нержавеющей стали в электролите, имеющем плотность 1,7–1,8 и состоящем из 90% H_3PO_4 и 10% CrO_3 .

Электролитическая полировка основана на анодном растворении металлов. Пинцет, в котором помещают заготовки-диски, соединяется с плюсом источника питания и одновременно предохраняет края образца от растворения. Электролит, как правило, находится в водоохлаждаемом сосуде с двойными стенками, в который помещаются на небольшом расстоянии друг от друга две параллельные пластины, являющиеся катодами. Между пластинами располагается пинцет с заготовкой. Процесс утонения осуществляется в таком режиме, чтобы поверхность образца сохранялась блестящей, без заметных следов травления (матовая поверхность). Электрополировку ведут до тех пор, пока в центральной части утоняемого образца не образуется одно или несколько отверстий. По краям таких отверстий и находятся зоны, более или менее прозрачные для электронов и пригодные для просмотра в электронном микроскопе. После появления отверстия в фольге ее быстро вынимают из пинцета и промывают сначала в воде, а затем в спирте и тщательно высушивают при помощи фильтровальной бумаги. Приготовленная таким образом металлическая фольга пригодна для просмотра в электронном микроскопе.

8.3. Определение плотности дислокаций по электронным фотографиям

Первоначально представления о дислокациях были введены в физику твердого тела (Орован, Поляни, Тейлор, 1934г.) для того, чтобы объяснить несоответствие между наблюдаемой и теоретической прочностью, и описать механизм скольжения при пластической деформации. Впоследствии теория дислокаций получила широкое развитие и стала применяться для анализа самых разнообразных явлений в металлах и сплавах.

Дислокации относятся к линейному типу дефектов кристаллического строения. Дислокацией называется линейное несовершенство, образующее внутри кристалла границу зоны сдвига. Вокруг дислокации в некотором объёме кристалла искажена кристаллическая решётка и существует поле повышенных внутренних микронапряжений. Приложение нагрузки приводит к перемещению дислокаций, в результате осуществляется пластическая деформация кристалла.

В процессе перемещения дислокации размножаются, взаимодействуют, в некоторых случаях аннигилируют (взаимно уничтожаются), Дислокации существуют во всех кристаллических материалах и во многом определяют совокупность их механических свойств.

Важной характеристикой дислокационной структуры, влияющей на свойства материалов и характер структурных превращений, является плотность дислокаций – это отношение суммарной длины всех линий дислокаций к объёму кристалла. Она определяется по формуле:

$$\rho = \sum_{i=1}^n \frac{l_i}{V}, \quad (8.1)$$

где ρ – плотность дислокаций в единице объёма, см⁻²; n – количество дислокаций в единице объёма; l_i – длина i -той дислокации, см; V – объём кристалла, см³.

Плотность дислокаций зависит от способов и режимов обработки материала. В идеальных кристаллах дислокации отсутствуют. В связи с этим прочность идеальных кристаллов близка к теоретической и обусловлена взаимодействием атомов.

В отожжённых поликристаллических металлах и сплавах плотность дислокаций находится в пределах 10^6 – 10^8 см⁻². Эти металлы обладают высокой пластичностью. Дислокации в них достаточно свободно перемещаются при приложении нагрузки. При увеличении нагрузки и перемещении дислокации размножаются. В сильно деформированных металлах плотность дислокаций достигает значений 10^{11} – 10^{12} см⁻², они мешают перемещению друг другу при воздействии нагрузки. При этом пластичность металла уменьшается, а твёрдость и хрупкость возрастают. Каждому состоянию материала соответствует определённая дислокационная структура.

Дислокационную картину металлов можно изучать при электронно-микроскопическом исследовании фольги. Фольга – утонённый до получения отверстия металлический диск. Толщина исследуемых слоев возле отверстия 0,1–0,2 мкм. При исследовании в электронном просвечивающем микроскопе таких образцов удаётся увидеть дислокационные линии в виде нитей с поперечным сечением 10 – 20 нм.

На рис. 8.3 представлена фотография, полученная при электронно-скопическом просвечивании фольги из низкоуглеродистой стали после холодной пластической деформации со степенью обжатия 5–10%.



Рис. 8.3. Дислокационная структура низкоуглеродистой стали после холодной пластической деформации

Выполнение работы

Для определения плотности дислокаций по «точкам выхода» сначала ведется подсчет количества видимых длин проекций дислокаций на плоскость фольги на всей площади кадра N_1 , затем определяется количество точек выхода дислокаций на плоскость фольги, для которых угол между направлением дислокации и плоскостью фольги близок к $\pi/2$. Полученное численное значение точек выхода N_2 соответствует в два раза меньшему количеству дислокаций. Общее число видимых дислокаций n_v на кадре определяется как сумма N_1 и N_2 .

Если число видимых на кадре дислокаций n , то с учётом их «утечки»:

$$n = \frac{n_E}{\bar{P}}, \quad (8.2)$$

где \bar{P} – средняя вероятность видимости дислокаций в данном ре-флексе.

Значение \bar{P} зависит от условий дифракционного контраста, определяемых кристаллографическими индексами отражающей плоскости и вектором Бюргерса дислокации. Для объемно центрированной и грани-центрированной кубических кристаллических решёток \bar{P} равно соответственно $\frac{51}{72}$ и $\frac{9}{13}$.

Плотность дислокаций определяется из выражения:

$$\rho = \frac{n}{F}, \quad (8.3)$$

где F – площадь кадра (с учетом увеличения) в см^2 .

Определение плотности дислокаций по «точкам выхода» на поверхность является наиболее точным методом, однако он недостаточно объективен при оценке высоких значений плотности дислокаций ($\rho > 10^{10} \text{см}^{-2}$). Это связано с тем, что при таких значениях ρ не все точки выхода дислокаций отчётливо видны на поверхности фольги. В таких случаях плотность дислокаций удобнее определять «методом секущих».

Для определения плотности дислокаций «методом секущих» необходимо определить шаг квадратной сетки секущих $h = 2t$, где t – толщина фольги ($2 \times 10^{-5} \text{ см}$). Шаг сетки определяется с учетом увеличения. Сетка с таким шагом наносится на поверхность кадра рис. 8.3. Затем определяется количество мест пересечения линий сетки с дислокациями q .

Принимая во внимание, что длина секущих на площади кадра находится из выражения:

$$l = \frac{2F}{h}, \quad (8.4)$$

плотность дислокаций методом секущих определяется так:

$$\rho = \frac{q}{tl}. \quad (8.5)$$

Сравнивая полученные результаты обоих методов, необходимо сделать вывод об их сходимости.

Выполнение работы

1. Уясните цель работы, схему и принцип работы электронного микроскопа.

2. Опишите схему и принцип работы электронного микроскопа.

3. Кратко опишите методику препарирования фольги.

4. На полученном у преподавателя (индивидуально) кадре очень внимательно посчитайте число всех видимых дислокаций n_v и по формуле (8.3) посчитайте количество дислокаций n в единице объёма, учитывая, что для ОЦК решётки $\overline{p} = \frac{51}{72}$.

5. Вычислите площадь кадра F с учётом увеличения микроскопа V .

$$F = \frac{ab}{V},$$

где a – длинная сторона кадра; b – короткая сторона кадра (увеличение микроскопа указано на выданном снимке).

6. По формуле (8.3) определите плотность дислокаций по «точкам выхода».

7. Начертите на своём кадре сетку с шагом $h=2t$, ($t=2 \times 10^{-5}$ см).

8. Подсчитайте очень внимательно число пересечений сетки с дислокациями по вертикалям и горизонталям и просуммируйте их.

9. Посчитайте длину секущих T на площади кадра по формуле $T = \frac{2F}{h}$.

10. Определите плотность дислокаций методом секущих, принимая значение толщины фольги $t=2,16 \times 10^{-5}$ см.

11. Сравните результаты значений плотности дислокаций, полученные методом подсчёта «по точкам выхода» и «методом секущих». Если порядки обеих величин равны, то сходимость результатов можно считать удовлетворительной.

12. Приблизительно оцените степень пластической деформации металлического материала по полученным значениям плотности дислокаций.

13. Составьте отчет о работе:

13.1. Цель работы.

13.2. Описание схемы и принципа работы электронного микроскопа.

13.3. Методика препарирования фольги.

13.4. Определение плотности дислокаций «по точкам выхода» с описанием метода.

13.5. Определение плотности дислокаций «методом секущих» с описанием метода.

13.6. Сравнение данных двух методов и вывод о сходимости полученных значений.

Контрольные вопросы

1. Что такое дислокация? (дайте определение).
2. Что такое плотность дислокаций? Какова размерность этой величины?
3. В чем заключается устройство и принцип действия электронного микроскопа?
4. Как изготавливается фольга для электронно-микроскопического исследования?
5. Какова плотность дислокаций в отожжённых поликристаллических металлах и сплавах?
6. Объясните сущность определения плотности дислокаций по «точкам выхода» их на поверхность (достоинство и недостаток метода).
7. Объясните методику определения плотности дислокаций «методом секущих» (достоинство и недостаток метода).

Рекомендуемая литература

1. Новиков И.И. Дефекты кристаллического строения металлов / И.И. Новиков. – М.: Металлургия, 1983. – 232 с.
2. Штремель М.А. Прочность сплавов. Лабораторный практикум / М.А. Штремель, Л.В. Карабасова, Ф.Ф. Сатдарова. – М.: МИСИС, 2002. – 110 с.

9. ОСНОВЫ ПРАКТИЧЕСКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

Для изучения атомно-кристаллического строения (тонкой структуры) материалов пользуются дифракционными методами исследования. Они основаны на том, что коротковолновые излучения (рентгеновское, электронно-лучевое, нейтронное), взаимодействуя с кристаллической решёткой, рассеиваются, дифрагируют и интерферируют так же, как волны видимого света, на пути которых находится обычная дифракционная решётка. Самыми распространёнными дифракционными методами изучения кристаллической структуры являются методы рентгеноструктурного анализа. Применяя их, идентифицируют материалы, определяют тип кристаллической решётки и её параметры, распределение атомов в пространстве, концентрации твёрдых растворов, плотность дефектов кристаллического строения и многие другие характеристики тонкой кристаллической структуры.

Последние 70 лет в практике рентгеноструктурного анализа успешно применяются рентгеновские дифрактометры, в которых для регистрации рентгеновской дифракционной картины применяются счётчики квантов излучения (газовые, сцинтилляционные, пропорциональные). В результате получают запись зависимости интенсивности рассеянного излучения от угла дифракции, называемую дифрактограммой (рис. 9.1).

Применение дифрактометров значительно сокращает время исследования (по сравнению с фотометадами) за счет автоматизации эксперимента, дают возможность проводить непосредственные и точные измерения абсолютной и интегральной интенсивности, ширину и угловое положение дифракционных линий.

Недостатком дифрактометрических методов, в сравнении с фотографическими, является невозможность, в силу геометрии съемки, регистрировать пространственное распределение интенсивности «отражённого» излучения (получения полной рентгенограммы) и затруднительность регистрации линий очень малой интенсив-

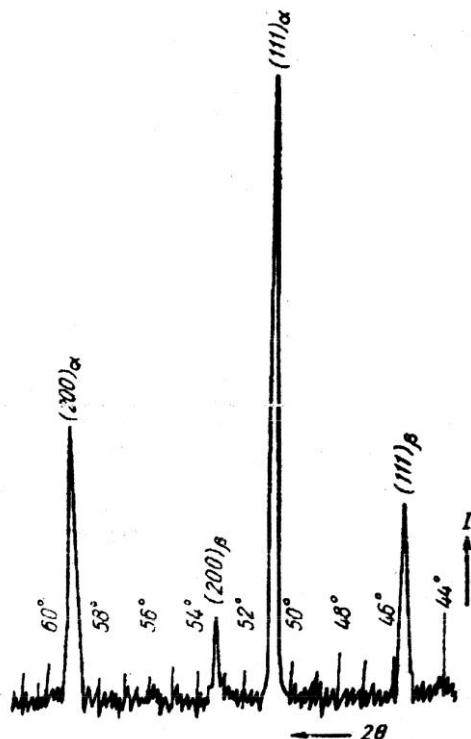


Рис. 9.1. Участок дифрактограммы меди, полученной в излучении кобальта ($\text{CoK}\alpha$)

ности, которые на фоторентгенограмме можно обнаружить визуально. Однако эти недостатки имеют существенное значение при решении узких специальных задач структурного анализа.

9.1. Принципиальная блок-схема дифрактометра

Основными крупными узлами современных рентгеновских дифрактометров являются:

1. Высоковольтный источник питания, предназначенный для подвода к аноду рентгеновской трубки стабилизированного высокого напряжения (до 75 кВ) и напряжения накала катода, обеспечивающего ток трубки до 60 мА.

2. Дифрактометрический узел, состоящий из рентгеновской трубки в защитном кожухе и гониометра с блоком детектирования (счётчиком).

Рентгеновский гониометр – устройство для отсчёта углов поворота образца и детектора по отношению к первичному пучку рентгеновских лучей (рис. 9.2). Гониометр обеспечивает синхронный поворот образца и счётчика вокруг общей оси с требуемыми угловыми скоростями (скорость вращения счётчика в два раза большую скорости вращения образца) и их раздельный поворот вокруг той же оси (вручную или от электромоторов). Детектор излучения – сцинтилляционный или пропорциональный счётчик.



Рис. 9.2. Внешний вид и основные части рентгеновской установки

3. Счётно-регистрирующее и управляющее устройство, в котором регистрируются импульсы напряжения, получаемые со счётчика при попадании в него каждого кванта рентгеновского излучения.

В счетно-регистрирующем устройстве импульсы усиливаются, дискриминируются (выделяются импульсы определённой ампли-

туды), нормализуются и направляются либо в измеритель скорости счёта (аналоговый вывод, сигнал с которого подаётся на самопишущий потенциометр), либо в устройство вывода цифровой информации на ЦПУ, перфоратор, ЭВМ или компьютер

9.2. Устройство рентгеновской трубки

Рентгеновская трубка служит источником рентгеновских лучей. Для возбуждения рентгеновского излучения в рентгеновской трубке должно быть обеспечено:

- а) получение свободных электронов;
- б) сообщение свободным электронам большой кинетической энергии (от нескольких тысяч эВ до 2 МэВ);
- в) возбуждение быстро летящими электронами атомов анода.

В дифрактометрическом рентгеноструктурном анализе применяются безопасные запаянные вакуумные электронные трубки, представляющие собой стеклянный баллон, в который введены два электрода: катод – в виде накаливаемой проволоочной вольфрамовой спирали и анод – в виде массивной медной трубки (рис. 9.3).

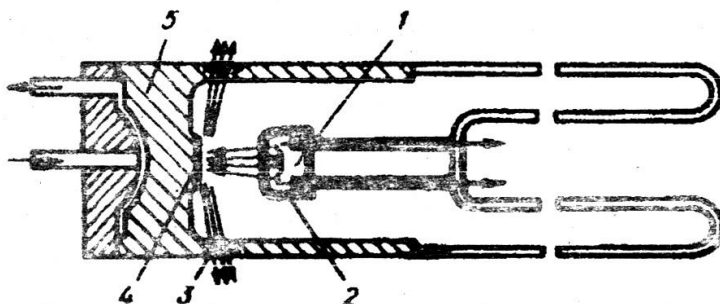


Рис. 9.3. Схема запаянной электронной рентгеновской трубки ВСВ для структурного анализа: 1 – катод; 2 – фокусирующий колпачок; 3 – окна для выпуска рентгеновских лучей; 4 – анод, 5 – защитный цилиндр

Вакуум (10^{-3} – 10^5 Па) в трубке создается в процессе производства и обеспечивает свободное перемещение электронов от катода к аноду, тепловую и химическую изоляцию катода и предотвращение газового разряда между электродами.

Трубки для структурного анализа испускают относительно мягкие лучи, которые очень сильно поглощаются стеклом. Поэтому в баллоны этих трубок для выпуска рентгеновских лучей впаяны специальные окна, изготовленные либо из сплава гетан, содержащего лёгкие элементы (бериллий, литий, бор), либо из металлического бериллия.

Катод в электронных трубках представляет собой обычно вольфрамовую спираль, частично покрываемую слоем тория, для повышения эмиссионных характеристик. Спираль помещена в специальный фокусирующий колпачок, предназначенный для сужения электронного пучка и уменьшения фокуса трубки. Современные рентгеновские трубки имеют линейчатый фокус. Чем уже (острее) фокус трубки, тем лучше ее разрешающая способность

Анод – массивный полый цилиндр, изготовленный чаще всего из меди. В торцевую стенку анода впаяна пластинка – антикатод (зеркало анода), которая тормозит летящие от катода электроны. В трубках для структурного анализа зеркало анода изготавливают из того металла, излучение которого используют для получения дифракционной картины от различных материалов. Важно выбрать трубку с таким материалом анода, чтобы при облучении исследуемого образца не возникало вторичное (его собственное) существенно ухудшается, слабые дифракционные максимумы могут быть вообще не выявлены.

Наиболее распространены трубки с анодами из хрома, железа, ванадия, кобальта, никеля, меди, молибдена, вольфрама.

Во избежание перегрева анод в процессе работы необходимо непрерывно охлаждать.

Важнейшая характеристика трубки ее предельная мощность: $P = UI$, где U – максимально высокое напряжение, I – ток трубки. Обычно эти характеристики указаны в паспорте трубки.

Превышение предельной мощности недопустимо, т. к. это приведет к перегреву анода и выходу трубки из строя.

В рентгеновской дифрактометрии в настоящее время используются трубки марок от БСВ-6 до БСВ-30 с мощностью до 2,5 кВт с электронной стабилизацией питающего напряжения и тока накала трубки, что обеспечивает колебание интенсивности первичного пучка не более 0,5%.

9.3. Оптическая схема дифрактометра

В большинстве дифрактометров общего назначения (ДРОН) в настоящее время используют квазифокусирующую оптическую схему Брэгга-Брентано, предусматривающую вращение образца вокруг оси гониометра и одновременно в собственной плоскости. На рис. 9.4 показан ход лучей в дифрактометре от источника с линейчатым фокусом.

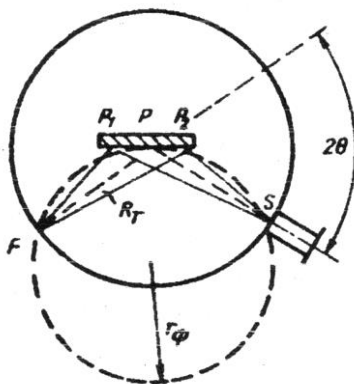


Рис. 9.4. Ход лучей в плоскости дифрактометра с фокусировкой по Брэггу-Брентано: F – фокус трубки; P – образец; R_T – радиус гониометра; r_ϕ – радиус окружности фокусировки; S – приемная щель счётчика

В гониометрах, работающих по схеме Брэгга-Брентано, плоский образец (P) помещают в держатель таким образом, чтобы его поверхность находилась на оси вращения гониометра и была касательной к окружности фокусировки.

Чем меньше облучаемая площадь образца, чем лучше сфокусирован первичный пучок, тем меньше отрицательное влияние расходимости (вертикальной и горизонтальной) рентгеновского пучка на качество дифрактограммы, а, следовательно, и на результаты анализа.

Чтобы уменьшить горизонтальную расходимость пучка, выбирают более узкие входные щели (лучше, если ширина первой и второй щели будут одинаковы).

Чтобы уменьшить вертикальную расходимость пучка, применяют щели Соллерра (рис. 9.5).

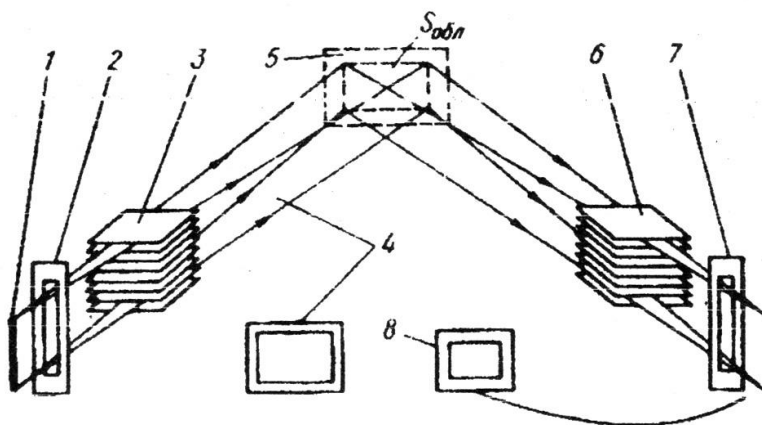


Рис. 9.5. Ход лучей в дифрактометре при использовании щелей Соллера: 1 – линейчатый фокус трубки; 2,7 – щели, ограничивающие горизонтальную расходимость рентгеновского пучка; 3,6 – щели Соллера; 4,8 – щели, ограничивающие вертикальную расходимость (ставятся в том случае, если не используются щели Соллера); 5 – образец ($S_{обл}$ – облучаемая поверхность образца)

Уменьшение вертикальной и горизонтальной расходимости улучшает фокусировку и повышает качество съёмки.

Дифрактометр считается готовым к работе только тогда, когда он правильно отъюстирован. Отъюстированным дифрактометр считается в том случае, если линия фокуса, центры всех щелей и ось гониометра лежат в одной вертикальной плоскости, которая является касательной к плоскости образца. Проводится юстировка в соответствии с инструкцией к прибору. Качество юстировки проверяется путём съёмки эталонного образца (обычно кварца) с известными параметрами кристаллической решётки.

Материал анода трубки, режим её работы, ширина и высота входных и выходной щелей, скорость вращения счётчика и протяжки ленты самописца (при непрерывной записи) выбираются в зависимости от задачи исследования.

9.4. Приготовление образцов

Общие требования к приготовлению образцов для рентгено-структурного анализа:

- геометрия съёмки;
- сильное поглощение рентгеновских лучей исследуемыми веществами и поэтому малой толщиной параллельных поверхности слоев исследуемых образцов, о структуре которых дает информацию рентгеновский анализ.

Перед съёмкой с поверхности образца необходимо удалить слои, нарушенные предшествующей обработкой (резкой, шлифовой и др.), кроме тех случаев, когда именно эти слои являются объектом исследования.

Поликристаллические образцы для исследования могут быть порошковыми или монокристаллическими.

Порошковые образцы. Исследуемый материал тщательно растирается в ступке. Порошок смешивают со слабо поглощающей и слабо рассеивающей связкой (вазелин и др.) и помещают смесь в стандартные кюветы. Если частицы порошка равноосны и порошок не склонен к образованию текстуры, поверхность образца выравнивают на плоском стекле, на которое нанесён слой сухого исследуемого порошка. Если при изготовлении образца возможно образование текстуры (неравноосные волокнистые или иглообразные частицы), что обязательно приведет к искажению интенсивности линий на дифрактограмме, то излишки порошка из кюветы нужно убирать лезвием. В ряде случаев возможно в качестве образцов применять прессованные из порошка таблетки.

Монокристаллические образцы. При изготовлении монокристаллического образца его поверхность шлифуют, полируют (химически или электролитически), затем крепят образец на пластилине в кювете или в стандартном кварцевом кольце-держателе. Нужно следить за тем, чтобы рентгеновский пучок не попадал на пластилин, который даёт свою собственную дифракционную картину, особенно в области малых углов.

Выполнение работы

1. Съёмка дифрактограммы

Подготовленный образец в держателе крепят на специальном столике (гониометрической приставке), установленном в центре гониометра. Вручную выставляют необходимый угол начала вращения счетчика, выставляют скорость его вращения и сцепление автоматического синхронного вращения счётчика и образца (рис. 9.6).



Рис. 9.6. Гониометрическая приставка дифрактометра

После этого, убедившись, что область облучения закрыта защитными шторками, включают дифрактометр. Порядок включения описан в инструкции по эксплуатации к каждому прибору, но существуют и общие требования:

- 1) прибор включается в сеть (220 В);
- 2) включается система охлаждения анода. При этом необходимо убедиться в том, что загорелась сигнальная лампочка «Готов к пуску» (см. рис. 9.6);

3) (при отключении охлаждения должна сработать блокировка и лампочка должна отключиться) (рис. 9.7);



Рис. 9.7. Панель управления дифрактометра

- 4) подается высокое напряжение (600–1200 В) на счётчик;
- 5) подается высокое напряжение на трубку и устанавливается режим её работы;
- 6) включается синхронное вращение счётчика и образца, отметчик углов поворота счётчика и убирается шторка, перекрывающая первичный пучок.

При непрерывной записи на диаграммную ленту, с помощью потенциометра, включить его, включить отметчик угла поворота счётчика и отметить начальный угол съёмки дифрактограммы.

2. Порядок первичного расчёта дифрактограммы

Экспериментальная дифрактограмма, записанная с помощью электронного потенциометра, представляет собой графическое распределение интенсивности «отражённого» от образца излучения в зависимости от угла поворота счётчика 2θ (образец при этом поворачивается на угол θ). Если образец не находится в отражающем положении, на дифрактограмме наблюдается диффузионный фон от

рассеянного (дифрагированного) образцом излучения. При определённых углах поворота счётчика для плоскостей параллельных поверхности образца выполняется условие «отражения» Вульфа – Брэггов

$$n \lambda = 2d \sin \theta, \quad (9.1)$$

где n – порядок отражения; λ – длина волны излучения; d – межплоскостное расстояние; θ – половина угла поворота счётчика.

При выполнении условия Вульфа-Брэггов на дифрактограмме появляются интерференционные максимумы отражения от определённых плоскостей (см. рис. 9.1).

Для выполнения различных задач рентгеноструктурного анализа в любом случае необходимо знать:

- возможно более точные значения углов 2θ для интерференционных максимумов;

- абсолютную и интегральную интенсивности каждой линии.

Смещение углов отражения, изменения ширины и высоты рентгеновских линий дают информацию об изменении кристаллической структуры исследуемого материала. В связи с этим существует общий порядок первичного расчета дифрактограммы:

- 1) в соответствии со штрихами отметчика обозначить все углы на дифрактограмме;

- 2) провести усредненную линию фона. Интенсивность фона невысокая и по мере увеличения угла 2θ , обычно склонна к уменьшению;

- 3) по дифрактограмме с помощью линейки определяют угол 2θ , соответствующий каждому дифракционному максимуму. Для узких симметричных нерасщепленных линий угол с достаточной точностью можно определять по положению максимума интенсивности; для размытых, несимметричных линий следует определять центр тяжести линии. Графический метод определения центра тяжести «метод секущих» показан на рис. 9.8.

Для нахождения положения максимума интенсивности определяют положения середины отрезков, соединяющих точки профиля линии, лежащие по разные стороны от максимума и имеющие равные интенсивности. Интенсивность линии определяют как разность между измеренной интенсивностью и интенсивностью фона, изме-

нение которого в пределах линии считается линейным. Полученные точки соединяют кривой, которая экстраполируется до профиля линии. При необходимости центр тяжести линии рассчитывают математически, что является достаточно трудоемкой операцией;

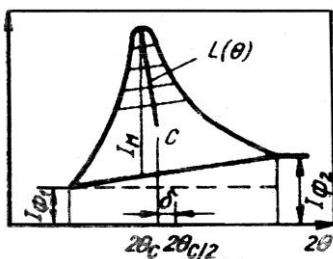


Рис. 9.8. Схема к определению положения центра тяжести дифракционной линии методом «секущих»

4) приняв за единицу (или 100 %) интенсивность самой высокой линии, определяют относительные интенсивности всех остальных линий дифрактограммы;

5) зная длину волны излучения, пользуясь специальными справочниками (или по формуле Вульфа-Бреггов), определяют межплоскостное расстояние, соответствующее каждой линии.

На этом первичный расчет дифрактограммы в общем случае можно считать завершенным.

3. Правила техники безопасности при работе с источниками рентгеновского излучения

При работе с источниками рентгеновского излучения существует опасность поражения персонала электрическим током и ионизирующим излучением.

Защита от поражения электрическим током обеспечивается защитным ограждением и системой блокировок. Необходимо учитывать, что блокировочные устройства разрывают только цепь высоковольтного питания (до 75 кВ), но при этом не обесточиваются цепи низкого напряжения (220 – 380 В).

Рентгеновские лучи, поглощенные организмом человека, оказывают на него отрицательное биологическое воздействие. Степень

этого воздействия определяется длиной волны излучения и количеством поглощённых фотонов.

Безопасные от действия излучения условия работы обеспечиваются специальными защитными устройствами и строгим выполнением работающими правил техники безопасности.

В качестве защитных средств применяют: экраны из свинцового стекла, шторы из просвинцованной резины или листового железа.

Строго запрещается работа на аппаратах с отключёнными блокировками или снятыми защитными устройствами.

Контур заземления в лаборатории должен быть исправен. Корпус прибора обязательно должен быть заземлен. Доступ к токоведущим частям прибора должен быть закрыт.

Максимальная осторожность должна соблюдаться при юстировке аппарата (выполняется оператором). При установке и смене образцов рентгеновский пучок необходимо перекрывать шторкой (или отключать аппарат).

Так как рентгеновские лучи ионизируют атомы воздуха и при этом образуются вредные для человека газы (закись азота, озон), необходимо, чтобы при работе был обеспечен установленный инструкцией к прибору обмен воздуха в помещении (вентиляция). Во время работы необходимо избегать попадания под прямой пучок и находиться минимум времени в помещении, где работает рентгеновская установка. На рабочих местах обязательно один раз в месяц проводить дозиметрический контроль.

4. Составьте отчет о работе:

- 4.1. Записать название и цель работы.
- 4.2. Ознакомиться с устройством основных составных частей дифрактометра, кратко описать и зарисовать схему прибора.
- 4.3. Изучить порядок включения и выключения аппарата.
- 4.4. Подготовить образец для исследования (порошковый или монокристаллический, в зависимости от индивидуального задания), описать методику приготовления.
- 4.5. Выбрать и обосновать режим работы дифрактометра, записать его.

4.6. Закрепить образец в специальном кварцевом кольце или в кювете и установить его в держатель образцов на гониометре.

4.7. Выставить по шкале прибора необходимый угол поворота счётчика 2 θ .

4.8. Закрыть защитные шторки.

4.9. Включить счётно-управляющее устройство и питание (высокое напряжение) счётчика.

4.10. Включить дифрактометр в соответствии с инструкцией к прибору и установить рабочий режим рентгеновской трубки (выполняется оператором).

4.11. Включить самопишущий прибор, отметчик углов поворота счётчика и синхронное вращение образца и счётчика (выполняется оператором).

4.12. Записать дифрактограмму (выполняется под наблюдением оператора).

4.13. После завершения съёмки выключить аппарат, в порядке обратном включению (выполняется с помощью оператора).

4.14. Произвести в соответствии с методикой, изложенной в настоящих методических указаниях, первичный расчёт дифрактограммы:

– определить угловое положение и относительную интенсивность каждой линии;

– по формуле Вульфа-Бреггов рассчитать межплоскостное расстояние, соответствующее каждому дифракционному максимуму.

4.15. Указать длину волны излучения, записать расчетные формулы и вычисления.

4.16. Результаты расчёта занести в таблицу

№ п/п	Относительная интенсивность линии $I_{\text{отн}}$	Угол 2θ , град.	Угол θ , град	$\sin\theta$	Межплоскостное расстояние d , нм

Контрольные вопросы

1. Каковы преимущества и недостатки метода рентгеновской дифрактометрии по сравнению с фотометодом?
2. Назовите основные блоки рентгеновского дифрактометра.
3. Какая геометрия съемки и схема юстировки применяются в современных дифрактометрах?
4. Какие виды образцов применяются при съемке на дифрактометрах? Как готовятся образцы?
5. Каков общий порядок включения и выключения рентгеновского дифрактометра?
6. Что такое условие Вульфа – Брэггов?
7. Что представляет собой дифрактограмма? Нарисуйте схему.
8. Перечислите основные операции первичного расчёта дифрактограммы.
9. Какие существуют методы определения углового положения линий на дифрактограмме?
10. Как определяется абсолютная и относительная интенсивность дифракционной линии?
11. Как можно определить межплоскостное расстояние, соответствующее каждой линии дифрактограммы?

Рекомендуемая литература

1. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие для вузов. – 3-е изд. доп и перераб. / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСИС, 1994. – 326 с.
2. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ машиностроительных материалов: справ. / Л.И. Миркин – М.: Машиностроение, 1979. – 134 с.
3. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов / Л.И. Миркин. – М.: Физматгиз, 1961.
4. Хейкер Д.М. Рентгеновская дифрактометрия / Д.М. Хейкер, Л.С. Зевин. – М.: Физматгиз, 1963.
5. Уманский М.М. Аппаратура для рентгеноструктурных исследований / М.М. Уманский. – М.: Физматгиз, 1960.

10. КАЧЕСТВЕННЫЙ ФАЗОВЫЙ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

Рентгенографические методы являются одними из важнейших фундаментальных 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 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. В то же время, для современного рентгенодифракционного анализа нужна сложная аппаратура, требуется профессиональная подготовка обслуживающего персонала и специальное оборудование помещения.

10.1. 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 решеткой 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

$$d/n = \lambda / 2 \sin \theta \quad (10.1)$$

можно определить значения межплоскостных расстояний. С целью сокращения времени на расчёты для определения d/n , в зависимости от угла θ , можно воспользоваться специальными таблицами [2,3].

Зная межплоскостные расстояния, можно определить параметры кристаллической решётки. Для этого, проанализировав расположение линий на дифрактограмме, определяют кристаллическую структуру и индексы (hkl) каждой линии. Потом по квадратичным формам (табл. 10.1) 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 линии от семейств плотноупакованных атомных плоскостей.

Таблица 10.1

Квадратичные формы для определения параметров
кристаллической решетки

Сингония	Квадратичная форма	
	1	2
Кубическая	$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
Тетрагональная	$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right)$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$

Значения межплоскостных расстояний, относительных интенсивностей и индексы (hkl) линий (индексы кристаллографических плоскостей) для изученных веществ и соединений есть в специальных справочниках [2,3]. Экспериментальные результаты сравнивают со справочными и определяют исследуемое вещество.

Проводя фазовый анализ, обязательно сравнивают экспериментальные и теоретические (справочные) значения как углового положения, так и интенсивности линий. Поэтому влияние различных факторов (например, текстура) на интенсивность при приготовлении образцов нужно по возможности исключить или учитывать при расшифровке рентгенограммы.

Полученные экспериментально значения межплоскостных расстояний и параметров должны, с точностью не менее чем до второго знака, совпадать со справочными данными.

10.2. Качественный и полуколичественный анализ двухфазных систем

Дифрактограмма многофазной (двухфазной) системы, в частности некоторых сплавов, представляет собой результат наложения дифрактограмм каждой из присутствующих фаз. Интенсивности линий в общем случае пропорциональны количеству фазы. Соотношение интенсивностей линий каждой фазы при этом сохраняется. Фаза, содержание которой невелико, на рентгенограмме будет представлена ограниченным числом наиболее интенсивных линий. Из-за наличия на таких дифрактограммах большого количества линий и возможности наложения линий разных фаз, рентгенограмму многофазных систем нужно снимать в «мягком» отфильтрованном излучении.

В металлических системах чаще всего встречаются фазы, имеющие примитивную кубическую (К), объёмно-центрированную кубическую (ОЦК), гранецентрированную кубическую (ГЦК) и гексагональную плотноупакованную (ГП) решётки. Расположение линий на рентгенограмме, их относительные интенсивности и индексы линий для таких кристаллических структур известны.

Прежде чем разделять фазы аналитически, нужно внимательно рассмотреть дифрактограмму и попытаться визуально выделить отдельные фазы, учитывая характер расположения линий, их интенсивность, профиль, ширину и угловое положение. Все максимумы одного внешнего вида (например, уширенные замкнутые или ассимет-

ричные) будут принадлежать одной фазе, что позволит сразу выделить их из общего ряда линий.

Чтобы установить природу фаз, присутствующих в исследуемом материале, нужно:

- из общего ряда полученных расчётным путём значений d/n выделить ряды, свойственные каждой из кристаллических фаз (по форме и виду линий),

- проиндексировать линии (определить hkl) и определить кристаллическую структуру фазы;

- сопоставить с табличными значения d/n и (hkl) и идентифицировать фазу;

- рассчитать по квадратичной форме значения периодов решетки.

Для определения фазового состава материала при съёмке на дифрактометре необходимо подобрать такой режим работы аппарата, чтобы обеспечить:

- высокие точность и чувствительность в определении интенсивности линий (широкие щели, большая постоянная времени, малая скорость движения счётчика);

- достаточную (до третьего знака) точность в определении межплоскостных расстояний (узкие пучки, малые постоянные времени);

- экспрессность анализа (значительные скорости съёмки).

При расшифровке дифрактограммы нужно помнить, что даже в случае удовлетворительного совпадения экспериментально полученных и теоретических значений d/n окончательный вывод о присутствии фазы в исследуемом материале можно сделать только после сравнения табличных и экспериментальных интенсивностей отражений.

При сравнении интенсивностей возможно влияние наличия текстуры в структуре исследуемого материала. Текстура (преимущественная ориентировка зёрен) может возникнуть при обработке материала и в процессе приготовления образца для съёмки. При наличии текстуры относительные интенсивности линий на рентгенограмме изменяются.

При проведении рентгеноструктурного анализа очень большое значение имеют любые априорные (предварительные) сведения об образце: его химический состав, предшествующая обработка, предполагаемые фазы и т.д. Это существенно облегчает и сокращает время индексирования линий и расшифровки рентгенограммы.

Выполнение работы

1. Идентификация однофазных материалов

1. Из предложенного материала подготовить образец для съёмки на дифрактометре типа ДРОН.

2. Выбрать условия съёмки и получить дифрактограмму (выполняется с помощью оператора).

3. Рассчитать дифрактограмму, определить углы θ и d/n для всех линий.

Для повышения точности определения углового положения линий воспользоваться методом «секущих». Расчёт значений d/n проводится по уравнению Вульфа–Бреггов (1), в котором за длину волны (λ) принимают значение $\lambda_{\text{ср}} = \frac{2\lambda_{a1} + \lambda_{a2}}{3}$ используемого излучения (значения длин волн различных излучений приведены в справочниках).

4. По полученным экспериментальным результатам построить штрихдиаграмму и проиндцировать линии дифрактограммы.

5. Воспользовавшись справочником – определителем идентифицировать исследуемый материал, т.е. установить вещество, от которого была получена дифрактограмма.

6. Исходные данные, результаты измерений и расчётов заносите последовательно в табл. 10.2.

Таблица 10.2

Расчёт дифрактограммы для проведения качественного фазового анализа простых веществ и однофазных соединений

№ п/п	2 θ , град.	θ , град.	$\sin\theta$	d/n	hkl	$a, \text{Å}$	$c, \text{Å}$	фаза
1	2	3	4	5	6	7	8	9

2. Идентификация фазового состава двухфазных систем

1. Изготовить образец из предложенного материала, выбрать условия съёмки и получить дифрактограмму (выполняется с помощью оператора).

2. Рассчитать дифрактограмму, определить углы θ и d/n для всех линий.

3. Внимательно визуально проанализировать профили линий (симметричные, острые или размытые, уширенные) и их интенсивности. Выделить ряды линий принадлежащих одной фазе.

4. Начертить штрихдиаграмму каждой фазы.

5. С помощью теоретической штрихдиаграммы проиндцировать линии экспериментальной дифрактограммы. Установить кристаллическую структуру фазы.

6. По справочнику-определителю найти предполагаемую фазу. При установлении фазы экспериментальные и табличные значения d/n и (hkl) должны совпадать не менее чем для трёх самых сильных линий идентифицируемой фазы. При соблюдении всех требований можно говорить о наличии фазы в исследуемой системе.

7. Оставшиеся линии на дифрактограмме, принадлежащие другой фазе, проанализировать так же, как и линии первой фазы и определить вторую фазу.

8. По интенсивностям линий каждой фазы примерно (больше – меньше) определить количество фаз в анализируемом материале.

9. Результаты записать в табл. 10.3, 10.4 и 10.55.

Таблица 10.3

Первичный расчёт дифрактограммы

№ п/п	2θ , град.	θ , град.	$\sin\theta$	d/n
1	2	3	4	5

Таблица 10.4

Определение первой фазы

№ п/п	$\theta_{\text{эк}}$	$I_{\text{эк}}$	hkl	$d/n_{\text{эк}}$	$d/n_{\text{табл}}$	$I_{\text{табл}}$	фаза
1	2	3	4	5	6	7	8

Таблица 10.5

Определение второй фазы

№ п/п	$\theta_{\text{эк}}$	$I_{\text{эк}}$	hkl	$d/n_{\text{эк}}$	$d/n_{\text{табл}}$	$I_{\text{табл}}$	фаза
1	2	3	4	5	6	7	8

Контрольные вопросы

1. Что такое кристаллическая фаза?
2. На чём основан рентгеновский метод качественного фазового анализа, в чём он заключается?
3. Что такое угол θ , в каких единицах измерения его определяют?
4. Что означает величина d/n и как она может быть определена?
5. Что такое штрихдиаграмма и как ею пользуются при проведении качественного фазового анализа?
6. Последовательность выполнения качественного фазового анализа?
7. От чего зависит чувствительность качественного фазового анализа?
8. Какое число дифракционных линий является достаточным для достоверной идентификации фазы?

Рекомендуемая литература

1. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие для вузов. – 3-е изд. доп и перераб. / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСИС, 1994. – 328 с.
2. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ машиностроительных материалов: справ. / Л.И. Миркин. – М: Машиностроение, 1979. – 134 с.
- 3 Качанов Н.Н. Рентгеноструктурный анализ (поликристаллов) / Н.Н. Качанов, Л.И. Миркин. – М.: Машгиз, 1960. – 250 с.
5. Ковба Л.М. Рентгенофазовый анализ / Л.М. Ковба, В.К. Трунов. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1969. – 190 с.

11. ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

Количественный рентгеноструктурный фазовый анализ основан на зависимости интенсивности дифракционных линий определяемой фазы i от её объемного содержания в образце q . Поскольку интенсивность дифракционных максимумов зависит от целого ряда факторов (заряда и массы электрона, скорости света, условий эксперимента, интенсивности первичного пучка, геометрии съёмки), то установление точной аналитической зависимости интенсивности от концентрации фазы в большинстве случаев представляет очень сложную задачу.

При одном и том же содержании определяемой фазы, интенсивность её линий изменяется в зависимости от среднего коэффициента поглощения рентгеновских лучей в образце. Поэтому нужно найти эту зависимость и определить средний коэффициент поглощения образца, либо устранить влияние факторов поглощения.

Если для качественного фазового анализа главным условием является точность определения межплоскостных расстояний, то в случае количественного анализа смеси, после решения задачи качественного анализа, требуются возможно более точные измерения интенсивностей линий, особенно для фазы, количество которой мало.

Интегральная интенсивность дифракционного максимума определяемой фазы, находящейся в слое толщиной Δt на глубине t (рис. 11.1), в общем виде равна

$$I_i = (Q_o)_i U_o q_i e^{-2\mu_s S}, \quad (11.1)$$

где $(Q_o)_i$ – интенсивность отражения от «образца – эталона», состоящего только из этой фазы, без учёта поглощения; U_o – площадь облучаемой, участвующей в дифракции поверхности; q_i – объёмное содержание фазы в образце; μ – линейный коэффициент ослабления; S – глубина проникновения рентгеновских лучей в образец в направлении угла Вульфа-Брэггов.

При толщине исследуемого образца, существенно большей глубины слоя полупоглощения, что обычно и бывает при съёмке на дифрактометре:

$$I_i = (Q_o)_i U_o q_i \frac{1}{2\mu}. \quad (11.2)$$

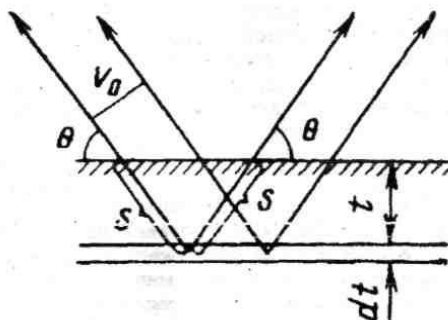


Рис. 11.1. К выводу формулы (11.1)

Если обозначить постоянную для данной геометрии съёмки величину $1/2 U_0 = k$, заменить объёмные проценты q_i весовыми и выразить линейный коэффициент поглощения образца μ через массовые коэффициенты поглощения отдельных фаз смеси μ_i , то получим

$$I_i = k \frac{(Q_o)_i}{\rho \sum \rho_i \mu_i}, \quad (11.3)$$

где ρ_i – плотность i -той фазы смеси.

Существуют различные методы количественного фазового анализа:

- а) метод подмешивания;
- б) метод градуировочной кривой;
- в) метод независимого эталона;
- г) метод гомологических пар.

Применение конкретного метода анализа зависит от предварительной информации об исследуемом образце и возможности получения фазы смеси в чистом виде.

Если структуры фаз известны, то возможен теоретический расчёт интенсивности линий для каждой фазы

Если структуры фаз неизвестны, но имеются эталоны (порошковые образцы из чистых фаз) и известно, что фазы имеют приблизительно одинаковые коэффициенты поглощения, то экспериментальные интенсивности пропорциональны теоретическим.

В отдельной лаборатории, если есть возможность, очень удобно пользоваться методом градуировочной кривой. Для этого нужно изготовить и снять серию образцов с известным (определённым другими методами) количеством фаз и построить для нескольких линий каждой фазы зависимость их интенсивности от содержания. Линии, используемые для построения градуировочной кривой, должны иметь интенсивность, близкую к табличным значениям, и не накладываться на линии других фаз.

Метод гомологических пар применяется при анализе двухфазных систем с приблизительно одинаковыми коэффициентами поглощения.

Условие $\mu_1 = \mu_2$ реализуется в том случае, когда анализируют смесь полиморфных модификаций или исследуют продукты реакций в твердой фазе, например, при анализе термообработанных сталей, двухфазных латуней и окислов железа.

После термической обработки (закалки) в сталях обычно наблюдаются две фазы:

- аустенит – твёрдый раствор внедрения углерода в гранецентрированной (ГЦК) полиморфной модификации (кристаллической) решётке железа (γ -фаза);

- мартенсит – пересыщенный твёрдый раствор внедрения углерода в объёмно-центрированной решётке железа (α -фаза), имеет искажённую объёмно-центрированную тетрагональную (ОЦТ) решётку.

Обе фазы имеют одинаковый химический состав, следовательно, практически одинаковые коэффициенты поглощения, но разные кристаллические решётки.

Каждая кристаллическая решётка даёт свой набор дифракционных максимумов на определённых углах отражения. Определение количества $A_{\text{ост}}$ очень важный этап при разработке технологии термической обработки стали и диагностике причин её брака.

Рентгеновские методы определения количества $A_{\text{ост}}$ не имеют конкурентов как в отношении точности (прецизионности), так и в самой организации эксперимента.

Определение количества фаз, имеющих разные кристаллические решётки α (ГЦК) и β (ОЦК) в двухфазных латунях, даёт удовлетворительные, но менее точные результаты, так как эти фазы содержат разное количество меди и их коэффициенты поглощения несколько различаются.

Интенсивность I каждой линии дифрактограммы пропорциональна отражающей способности соответствующих плоскостей, а также процентному содержанию соответствующей фазы p :

$$I = cQp, \quad (11.4)$$

где c – коэффициент пропорциональности; Q – отражающая способность.

Если для какой-либо пары линий обеих фаз обнаруживаются одинаковые интенсивности, то

$$Q_1 p_1 = Q_2 p_2. \quad (11.5)$$

Для двухфазной смеси $p_2 = 100\% - p_1$, откуда $p_1 = \frac{Q_2}{Q_1 + Q_2} 100\%$.

По расчётным или опытным данным составляются таблицы гомологических пар. В таблицах указывается длина волны излучения, в котором производилась съёмка, индексы линий, интенсивность которых одинакова при определённых соотношениях фаз.

Если интенсивности сравниваемых линий близки, но не равны между собой, то количество определяемой фазы составит

$$x = p \frac{I_1}{I_2}, \quad (11.6)$$

где p – количество фазы в процентах для случая, если интенсивности сравниваемых линий были бы равны между собой;
 I_1, I_2 – экспериментальные интенсивности.

Метод гомологических пар заключается в подборе на дифрактограмме пары линий, принадлежащих разным фазам, но имеющих одинаковые (или очень близкие по величине) интенсивности. Такая пара линий называется «гомологической». Затем, с помощью предварительно составленных таблиц находят количество фазы.

Выполнение работы

1. По дифрактограмме определить методом «секущих» углы $2\theta_{\text{эксп}}$ для всех линий вычислить $\theta_{\text{эксп}}$ и $\sin\theta$.

2. По формуле $n\lambda = 2d \sin\theta$ или по справочнику определить межплоскостное расстояние d для каждой линии.

3. Определить относительные интенсивности всех линий рентгенограммы, принимая за 1 или 100% самую интенсивную линию. Если линии симметричные и острые, то интенсивность оценивается по максимуму высоты линии. Если линии ассиметричны, но не размыты, то интенсивность рассчитывают по формуле:

$$I_{\text{max}} = \lg \frac{x_1 + x_2}{2h}, \quad (11.7)$$

где h – ордината пика максимума (рис. 11.2).

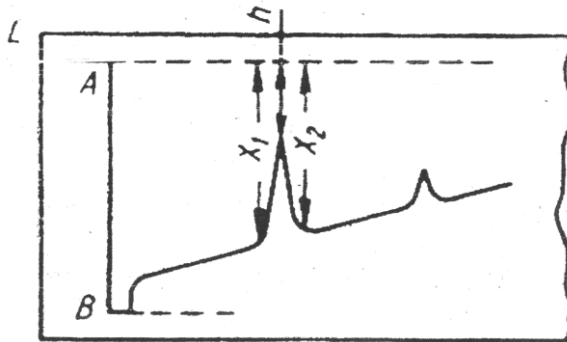


Рис. 11.2. Схема расчёта интенсивности для ассиметричных линий

Если линии размыты, то определяется интегральная интенсивность, пропорциональная площади под соответствующими дифракционными кривыми методами: планиметрирования, взвешивания или подсчёта клеточек на диаграммной ленте под кривой интенсивности (рис. 11.3).

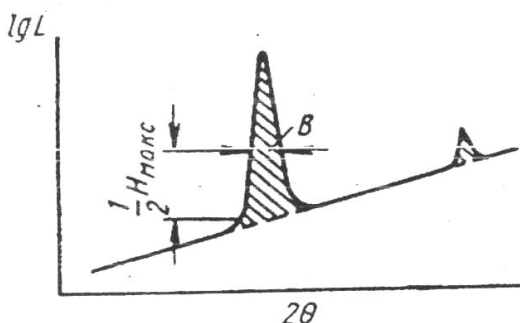


Рис. 11.3. Схема определения интегральной интенсивности для замкнутых или ассиметричных линий

4. Провести качественный рентгеноструктурный анализ. Определить по схемам структуры фаз и проиндцировать линии каждой фазы (рис. 11.4). Пользуясь справочниками определить (идентифицировать) фазы исследуемого образца. Результаты записать в табл. 11.1.

Таблица 11.1

№ п/п	$2\theta_{\text{эксп.}}$ град.	$\theta_{\text{эксп.}}$ град.	$\sin\theta$	$d, \text{\AA}$	$I_{\text{отн}}$	Фаза 1 (hkl)	Фаза 2 (hkl)
1	2	3	4	5	6	7	8

5. Внимательно проанализировав дифрактограмму, выбрать несколько пар линий разных фаз одинаковой (или приблизительно одинаковой) интенсивности. Желательно, чтобы выбранные линии имели близкие углы отражения.

6. Пользуясь таблицами гомологических пар [2,3,4], определить количество фаз в анализируемом образце и усреднить результаты, полученные по разным парам линий.

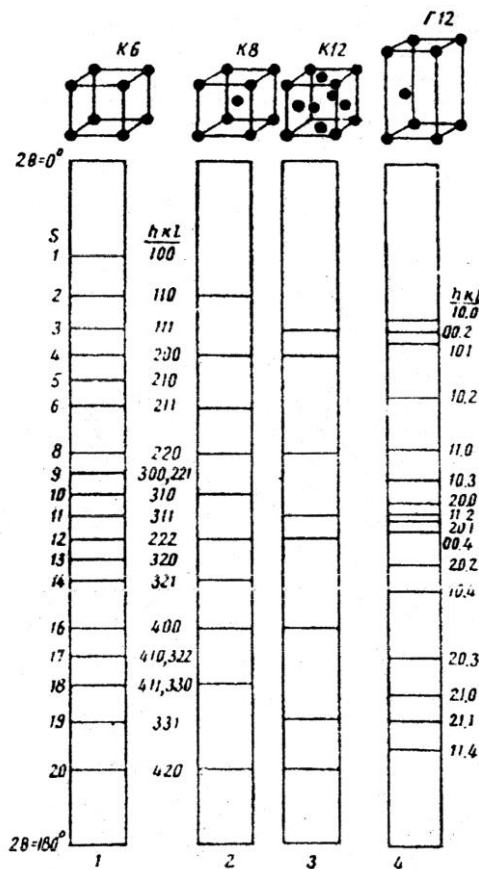


Рис. 11.4. Схема расположения дифракционных максимумов и их кристаллографические индексы (hkl) для наиболее распространенных решеток металлов и сплавов

7. Все полученные результаты занести в табл. 11.2.

Таблица 11.2

№ п/п	I _{отн}	Фаза 1 (hkl)	Фаза 2 (hkl)	Содержание определяемой фазы, %
1	2	3	4	5

Контрольные вопросы

1. Физические основы количественного фазового рентгеноструктурного анализа.
2. Какова последовательность выполнения количественного фазового анализа?
3. Какие основные методы количественного фазового анализа и области их применения.
4. Какие существуют методы расчета дифрактограмм (определение угла отражения и интенсивности дифракционных линий) при выполнении количественного анализа?
5. Сущность метода гомологических пар. При анализе каких структурных систем он применяется?
6. Какие дифракционные линии различных фаз желательно рассматривать при анализе методом гомологических пар?
7. От чего зависит точность количественного фазового анализа? Как можно ее повысить?

Рекомендуемая литература

1. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие для вузов. – 3-е изд. Доп. и перераб. / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСИС, 1994. – 328 с.
2. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ машиностроительных материалов: справ. / Л.И. Миркин. – М.: Машиностроение, 1979. – 134 с.
3. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов / Л.И. Миркин. – М.: Физматгиз, 1961. – 450 с.
4. Качанов Н.Н. Рентгеноструктурный анализ (поликристаллов) / Н.Н. Качанов, Л.И. Миркин. – М.: Машгиз, 1960. – 252 с.
5. Зевин Л.С. Количественный рентгенографический фазовый анализ / Л.С. Зевин, Л.Л. Завьялова. – М.: Недра, 1974. – 184 с.

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА РЕШЕТКИ РЕНТГЕНОВСКИМ МЕТОДОМ

Кристаллическая решетка представляет собой совокупность атомных кристаллографических плоскостей, играющих для рентгеновских лучей роль своеобразного зеркала. Поэтому, направляя рентгеновские лучи на кристаллическую решетку под разными углами Θ и регистрируя детектором отраженные рентгеновские лучи, можно построить рентгенограмму – график угловой зависимости интенсивности рентгеновских лучей от данной системы атомных плоскостей (рис. 12.1) и по угловому положению соответствующих рефлексов рентгеновских дифракционных линий (РДЛ) на рентгенограмме (рис. 12.2) определить межплоскостное расстояние d и период кристаллической решетки a .

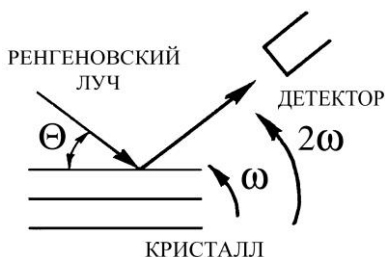


Рис. 12.1. Схема отражения
рентгеновских лучей
от атомных плоскостей кристалла

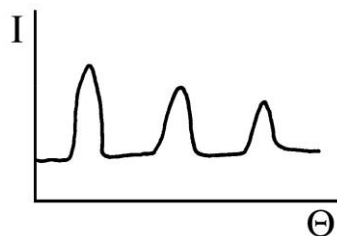


Рис. 12.2. Схема рентгенограммы
кристалла

В современных условиях рентгенограмма строится с помощью специального рентгеновского аппарата – рентгеновского дифрактометра и называется дифрактограммой. Во время съемки рентгеновская трубка дифрактометра – источник рентгеновских лучей – неподвижна, а кристалл и детектор синхронизированно вращаются вокруг оси, перпендикулярной плоскости рис. 12.1 со скоростями ω и 2ω , т.е. при повороте кристалла на угол Θ детектор поворачивается на угол 2Θ . Это постоянно поддерживает равенство углов падения и

отражения для изучаемой системы плоскостей и делает возможной непрерывную съемку.

Рефлекс в соответствующем угловом положении рентгенограммы появится в том случае, если отраженные от разных плоскостей рентгеновские лучи усиливают друг друга. Это имеет место в случае, если разность хода рентгеновских лучей 1 и 2 между атомными плоскостями с межплоскостным расстоянием d равна целому числу длин волн, т.е. $CB+BD=n\lambda$ (рис. 12.3), где n – порядок отражения, в данном случае равный единице. В свою очередь из геометрических соображений $CB=BD=d \cdot \sin \Theta$. Отсюда условие усиления рентгеновских лучей, падающих на систему плоскостей в кристалле, имеет вид: $2d \cdot \sin \Theta = n\lambda$.

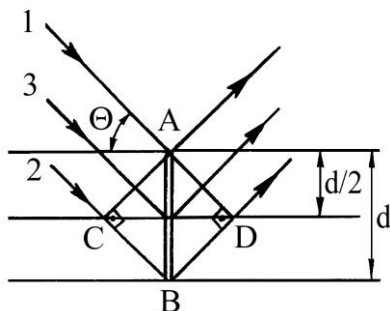


Рис. 12.3. К выводу формулы Вульфа-Брэгга

Данное уравнение впервые было выведено русским ученым Вульфом и английским ученым Брэггом. В случае, если между атомными плоскостями с межплоскостным расстоянием d поместить дополнительную атомную плоскость на расстоянии $d/2$ от предыдущих плоскостей (см. рис. 12.3), то условие Вульфа-Брэгга будет следующим:

$$2 \frac{d}{2} \cdot \sin \Theta = n\lambda \text{ или } 2d \cdot \sin \Theta = 2n\lambda .$$

Это указывает на то, что разность хода рентгеновских лучей между атомными плоскостями 1 и 2 уменьшается в два раза (в первом случае $\lambda = \frac{2d \cdot \sin \Theta}{n}$, во втором $\lambda = 2d \cdot \sin \frac{\Theta}{2n}$) и становится не равной целому числу волн. Поэтому отраженные от плоскостей 1 и 3

рентгеновские лучи не совпадают по фазе и полностью погасятся. Такая ситуация имеет место при переходе от примитивной к объемноцентрированной кубической кристаллической решетке (рис. 12.4).

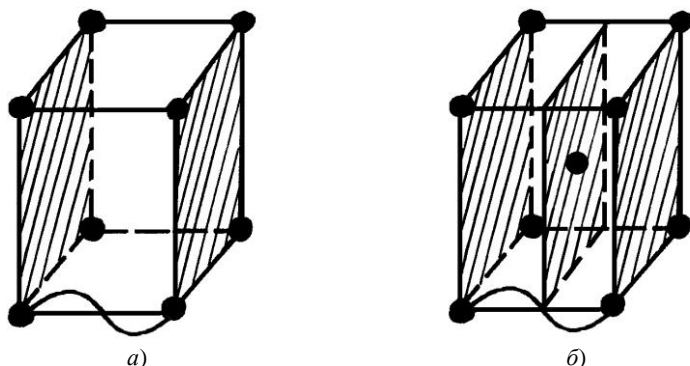


Рис. 12.4. К определению разности хода рентгеновских лучей в примитивной (а) и объемноцентрированной кубической кристаллической решетке (б)

Поэтому на дифрактограмме металлов с решеткой ОЦК отсутствуют рефлексы от плоскостей (100). Вместе с тем на дифрактограмме будет присутствовать рефлекс (200) второго порядка отражения, поскольку для него выполняется условие Вульфа-Брэгга. Можно показать, что на дифрактограмме с решеткой ОЦК фиксируются рефлексы только от атомных плоскостей, у которых сумма кристаллографических индексов h , k и l – число четное, например (110).

В случае дифрактограммы с решеткой ГЦК фиксируются рефлексы от плоскостей, у которых все индексы – числа только четные или только нечетные, например (111), (200). В случае примитивной кубической решетки в отражении участвуют все плоскости. Следует также отметить, что количество рефлексов на дифрактограмме зависит также от длины волны λ используемого рентгеновского излучения. Железное излучение на дифрактограмме металлов с решеткой ОЦК фиксирует рефлексы (110), (200), (211) и (220). При использовании различных металлов (хром, железо, кобальт, медь, молибден) в качестве источников рентгеновского излучения формируется несколько спектральных линий (K_{α_1} , K_{α_2} , K_{β}), характеризующихся своими длинами волн. Поэтому на дифрактограмме появляются три

системы рефлексов от одних и тех же атомных плоскостей. Для устранения K_{β} -излучения применяют специальные фильтры при рентгеновской съемке. Рентгеновский анализ проводят по более интенсивному K_{α} -излучению, если полученный рефлекс разрешен, т.е. можно выделять часть рефлекса от K_{α_1} - и K_{α_2} -излучений, либо по суммарному $(K_{\alpha_1} + K_{\alpha_2})$ -излучению, если рефлекс не разрешен. В первом случае используют длину волны λK_{α_1} , а во втором $\lambda K_{\alpha_{\text{ср}}} = \frac{2\lambda K_{\alpha_1} + \lambda K_{\alpha_2}}{3}$. Длины волн λK_{α_1} , λK_{α_2} и $\lambda K_{\alpha_{\text{ср}}}$ железного излучения равны соответственно 0,193597; 0,193091 и 0,193728 нм.

Для определения периодов решетки a , b , c необходимо установить связь с межплоскостным расстоянием d и кристаллографическими индексами атомных плоскостей h, k, l .

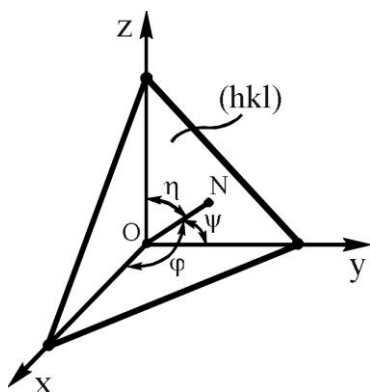


Рис. 12.5. К определению зависимости межплоскостного расстояния d от периодов кристаллической решетки

скими индексами атомных плоскостей h, k, l . Изобразим в системе координат XYZ плоскость с индексами (hkl) (рис. 12.5). Длина перпендикуляра из начала координат O на плоскость (hkl) равна межплоскостному расстоянию d . Направляющие косинусы, определенные через индексы плоскости, выражаются зависимо-

стями $\cos(N_x) = d \frac{h}{a}$, $\cos(N_y) = d \frac{k}{b}$,

$\cos(N_z) = d \frac{l}{c}$ (в частном случае, как

показано на рис. 12.5, $\cos(N_x) = \frac{d}{a}$,

$\cos(N_y) = \frac{d}{b}$, $\cos(N_z) = \frac{d}{c}$, т.е. на

рис.12.5 изображена плоскость (111) .

Для прямоугольной системы справедливо выражение $\cos^2(N_x) + \cos^2(N_y) + \cos^2(N_z) = 1$.

Подставляя в это выражение направляющие косинусов, определенные через периоды решетки и индексы плоскости, получаем так называемую квадратичную форму для прямоугольных систем – ромбической ($a \neq b \neq c$), тетрагональной ($a = b \neq c$), кубической ($a = b = c$):

$$\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} = \frac{1}{d^2}.$$

В частном случае, для кубической системы квадратичная форма имеет следующий вид:

$$\frac{h^2 + k^2 + l^2}{d^2} = \frac{1}{d^2}$$

Подставляем выражение квадратичной формы для кубической системы в уравнение Вульфа-Брэгга, получим расчетную зависимость для определения периода а кристаллических решеток кубической системы (К, ОЦК, ГЦК):

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \Theta} = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Полученная зависимость указывает на то, что для определения периода а решетки кубической системы достаточно определить угловое положение одного рефлекса этих решеток на дифрактограмме (для тетрагональной – два, а для ромбической – три рефлекса).

Точность расчета периода кристаллической решетки по полученным рефлексам на дифрактограмме зависит от точности определения углового положения рефлекса и при прочих равных условиях тем выше, чем больше угол отражения Θ . В зависимости от цели и задачи исследования угловое положение рефлекса определяют как положение его центра тяжести или как положение его максимума, предполагая, что он совпадает с центром тяжести.

Угловое положение максимума и центра тяжести профиля РДЛ может быть определено как графически (метод срединных точек), так и аналитически (метод трехточечной параболы, метод моментов). Первый обычно применяют при анализе профиля РДЛ, полученного непрерывной съемкой, а второй – при анализе профиля РДЛ, полученного дискретной (с набором импульсов в каждой точке за определенное время) съемкой – так называемой съемкой по точкам.

При определении положения максимума профиля РДЛ методом срединных точек в его верхней части проводят 3–4 секущие, параллельные линии фона. Затем определяют точки секущих, равноотстоящих от линии профиля, и через них проводят прямую до пересечения ее с верхней частью профиля. Угол отражения Θ , соответ-

ствующий этой точке, и определяет положение максимума профиля РДЛ.

При определении положения центра тяжести профиля РДЛ методом срединных точек считают, что распределение интенсивностей РДЛ подчиняется закону треугольника. На этом основании за центр тяжести принимают угол отражения, соответствующий 1/3

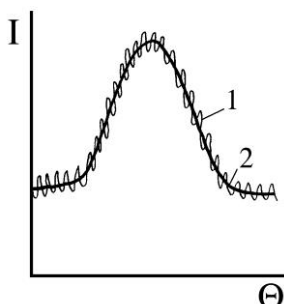


Рис. 12.6. Схема экспериментально полученного 1 и анализируемого 2 профиля РДЛ

длины прямой, проведенной через равноотстоящие от линии профиля точки до пересечения ее с верхней частью профиля и линией фона.

Положение максимума интенсивности в методе трехточечной параболы рассчитывают, пользуясь уравнением

$$\Theta_M = \Theta_2 + \frac{0,5 \cdot \Delta\Theta(I_3 - I_1)}{2I_2 - I_1 - I_3},$$

где I_1 , I_2 , I_3 – интенсивности рентгеновского излучения, измеренные в точках $\Theta_1 = \Theta - \Delta\Theta$, Θ_2 , $\Theta_3 = \Theta_2 + \Delta\Theta$.

При этом интенсивности I_1 и I_2 должны составлять не менее 80% от I_2 .

Профиль РДЛ, полученный непрерывной съемкой, необходимо привести к виду, удобному для анализа (рис. 12.6).

Выполнение работы

1. Уясните цель работы.
2. Изучите методические основы и приемы рентгеновского метода определения кристаллической решетки.
3. Рассчитайте по дифрактограммам или ее копиям период кристаллической решетки ряда металлов, определяя угловое положение РДЛ по его максимуму и центру тяжести.
4. Изобразите схемы кристаллических решеток изучаемых металлов.
5. Изобразите кристаллографические плоскости, по отражениям от которых рассчитан период решетки.
6. Рассчитайте коэффициент укладки кристаллических решеток изучаемых металлов.

7. Составьте отчет о работе:
 - 7.1. Цель работы.
 - 7.2. Методические основы и приемы рентгеновского метода определения периода кристаллической решетки.
 - 7.3. Результаты расчета периода решетки ряда металлов.
 - 7.4. Схемы кристаллических решеток изучаемых металлов.
 - 7.5. Кристаллографические плоскости, по отражениям от которых рассчитан период решетки.
 - 7.6. Коэффициент укладки кристаллических решеток изучаемых металлов.
 - 7.7. Выводы на основании полученных результатов.

Контрольные вопросы

1. Как рентгеновским методом можно определить период кристаллической решетки?
2. Что представляет собой рентгенограмма (дифрактограмма)?
3. Напишите условие усиления рентгеновских лучей при отражении от различных атомных плоскостей?
4. Почему на дифрактограмме металла с ОЦК решеткой не выявляются рефлексы от плоскости (100)?
5. Изобразите плоскость (100) на схеме примитивной кубической кристаллической решетки.
6. Каково минимальное количество рефлексов для определения периодов a и c тетрагональной кристаллической решетки?
7. В каких единицах измеряется период кристаллической решетки?
8. От чего зависит точность расчета периода кристаллической решетки?
9. Как определяется угловое положение рефлекса?
10. Какой из существующих способов определения углового положения профиля РДЛ является более точным?

Рекомендуемая литература

1. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.И. Иванов и др. – М.: Металлургия, 1982. – 632 с.
2. Русаков А.А. Рентгенография металлов / А.А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977. – 480 с.
3. Горелик С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ / С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков. – М.: Металлургия, 1970. – 366 с.

13. МЕТОДИКИ КАЧЕСТВЕННОГО И ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОГО ПРИКЛАДНОГО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

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.

Аустенит – ограниченный твердый раствор внедрения углерода и легирующих элементов (чаще всего это твердые растворы замещения) в гранцентрированной (ГЦК) высокотемпературной модификации железа (γ -Fe).

Аустенит – структурное состояние стали при нагреве под закалку. Однако при достаточном легировании (Ni, Cr, Mn) аустенит может быть стабильной (или метастабильной) фазой стали при комнатной температуре (стали аустенитного класса).

В процессе закалки аустенит превращается в мартенсит. При высоком содержании углерода (или легирующих элементов) в структуре закалённой стали может сохраниться значительное количество непревращенного (остаточного) аустенита ($A_{ост}$). В инструментальных сталях количество достигает нескольких десятков процентов.

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

Определение количества остаточного аустенита – существенный этап в разработке технологии термической обработки и метод диагностики причин брака при обработке сталей. Это практически неосуществимо металлографическими методами анализа. Возможно определение количества $A_{ост}$ путем измерения магнитных свойств термообработанной стали, однако наиболее предпочтительным является метод рентгеноструктурного анализа.

Мартенсит – пересыщенный твердый раствор внедрения углерода в решётке α -железа, имеет искажённую объёмно центрированную тетрагональную (ОЦТ) решётку. Содержание углерода в мартенсите является его главной характеристикой, определяется со-

держанием углерода в стали, условиями закалки, и уменьшается в процессе отпуска.

При низких температурах отпуска идёт «двухфазный» распад мартенсита, когда наряду с «мартенситом закалки» образуется некоторое количество «мартенсита отпуска» («кубического мартенсита») с пониженным содержанием углерода (около 0,2%). При повышении температуры отпуска происходит непрерывное уменьшение содержания углерода в мартенсите и выделение карбидной фазы до распада мартенсита на феррито-цементитную (феррито-карбидную) смесь.

Таким образом, определение содержания углерода в мартенсите (как и определение количества $A_{\text{ост}}$) – тоже очень важный этап при разработке технологии термической обработки стали и метод диагностики причин её брака.

Рентгеновские методы определения количества $A_{\text{ост}}$, содержания углерода в мартенсите и аустените практически не имеют конкурентов как в отношении точности (прецизионности), так и в самой организации эксперимента.

Рентгеноструктурный анализ металлов

Задача определения количества $A_{\text{ост}}$ – частный случай количественного фазового рентгеновского анализа. Важным для выбора методики и выполнения необходимых экспериментов и расчетов является точное знание теоретического положения на рентгенограмме дифракционных максимумов и их индексов (HKL).

Кроме того, существенным обстоятельством является одинаковый химический состав анализируемых фаз.

При проведении исследования необходимо применять метод сопоставления теоретических интенсивностей для определённых линий каждой из фаз и интенсивностей, полученных экспериментально. Главным условием при выборе сравниваемых линий является отсутствие их перекрытия или наложения на другие линии рассматриваемых фаз.

Для определения количества остаточного аустенита обычно используют следующие пары линий:

- а) линию $(111)_{k_{\alpha}}$ аустенита и линию $(110)_{k_{\alpha}}$ мартенсита;
- б) линию $(311)_{k_{\alpha}}$ аустенита и линию $(211)_{k_{\alpha}}$ мартенсита.

Наиболее предпочтительно использование второй пары линий, так как линии первой пары очень близко расположены друг к другу и, следовательно, существуют определенные сложности при их разделении, а также велика вероятность наложения сильных линий карбидных фаз на эти линии.

Интегральную интенсивность линии (HKL) анализируемой фазы определяют по формуле

$$J_{(HKL)\phi} = KV_{\text{яч.}\phi} F^2_{(HKL)\phi} LP(\theta) P_{HKL} X_{\phi}, \quad (13.1)$$

где K – коэффициент одинаковый для всех линий рентгенограммы (k_{α} или k_{β}); $V_{\text{яч.}\phi}$ – объем элементарной ячейки фазы; $LP(\theta) = 1 + \cos^2 2\theta / (\sin^2 \theta \cos \theta)$ – произведение факторов Лоренца и углового; P_{HKL} – фактор повторяемости; X_{ϕ} – доля фазы в облучаемом объеме.

При наличии двухфазной смеси (аустенита и мартенсита) количество остаточного аустенита определяют по отношению интенсивностей линий обеих фаз, исходя из теоретического соотношения интенсивностей (13.1), пользуясь необходимыми справочными данными.

В результате вычислений

$$X_A = 1 / (1 + kB), \quad (13.2)$$

где k – коэффициент, рассчитанный для данной комбинации фаз и линий; $B = J_M / J_A$.

Выполнение работы

1. Определение количества остаточного аустенита

1. По дифрактограмме измерить угловые положения линий, определить $\theta_{\text{эксп}}$, сравнить со справочными значениями. Проиндентировать по справочнику линии дифрактограммы, выбрать линии для проведения анализа.

2. Для выбранных линий измерить интегральную интенсивность. Все полученные результаты занести в таблицу

3. Пользуясь справочными данными определить факторы интенсивности и их произведения P для линий аустенита (311) и мартенсита (112, 211-121), полученные результаты занести в табл. 13.1.

Таблица 13.1

Определение количества остаточного аустенита в стали

№ обр.	Фаза	HKL	θ , град.	$k(\theta)$	A	$A_{\text{ост}}$	V, %	П
1	М							
	A							
2	М							
	A							

4. По формуле (13.2) определить содержание остаточного аустенита в процентах.

5. Привести все используемые расчетные формулы и проведенные расчеты.

2. Определение содержания углерода в мартенсите

Изменение периодов решетки мартенсита ("с" и "а") степени тетрагональности (с/а) его решетки от содержания углерода приведено на графиках (рис. 13.1).

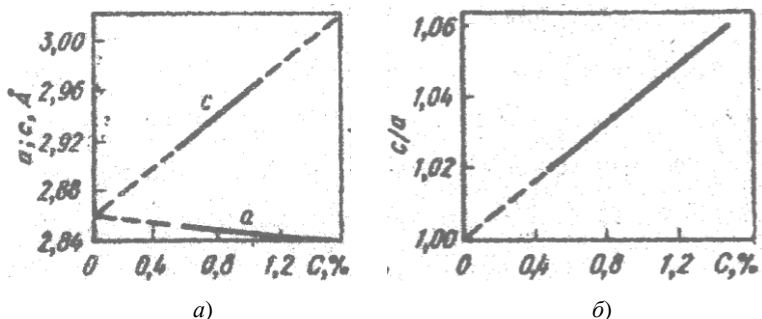


Рис. 13.1. Зависимость периодов (a) и степени тетрагональности решетки мартенсита (b) от содержания углерода в стали

Аналитически эти зависимости выражаются следующими уравнениями:

$$\begin{aligned}
 a &= 2,866 - 0,015p; \\
 c &= 2,866 + 0,118p; \\
 c/a &= 0,0467p,
 \end{aligned}
 \tag{13.3}$$

где p – содержание углерода, % (по массе).

По сравнению с рентгенограммой от кубического феррита, рентгенограмма от тетрагонального мартенсита имеет большее число линий, в результате их раздвоения и утраивания.

Линии, для которых все три индекса одинаковы, например (222), только меняют своё положение в зависимости от значений "с", "а" и с/а (рис. 13.2).

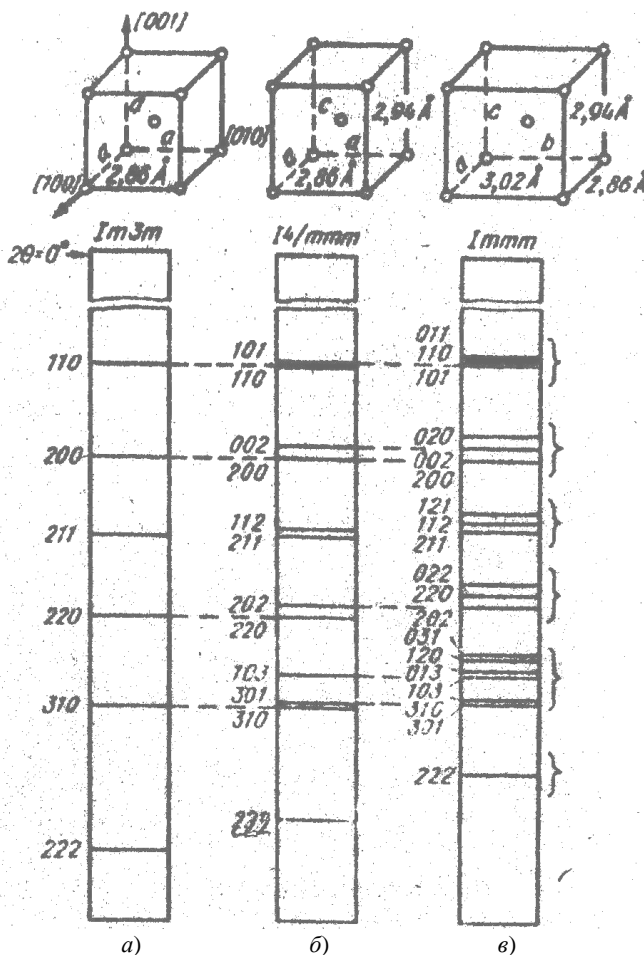


Рис. 13.2. Изменение вида рентгенограммы при изменении симметрии решетки от кубической (а) к тетрагональной (б) и ромбической (в)

Содержание углерода определяют по междублетному расстоянию, которое обусловлено только содержанием углерода в мартенсите и не зависит от содержания в нем легирующих элементов.

Для проведения анализа используют дублеты $(110) \rightarrow (101) + (011)$, $(200) \rightarrow (002) + (020)$, $(211) \rightarrow (112) + (121)$. Преимущество использования линий семейств плоскостей $\{200\}$ и $\{211\}$ состоит в том, что измеренная величина междублетного расстояния ($\Delta 2\theta$) для этих линий существенно больше, чем для линий семейств $\{110\}$ (рис. 13.3). Кроме того, при наличии остаточного аустенита его линия (111) близка по углам к линии (110) мартенсита, что приводит к снижению точности измерений.

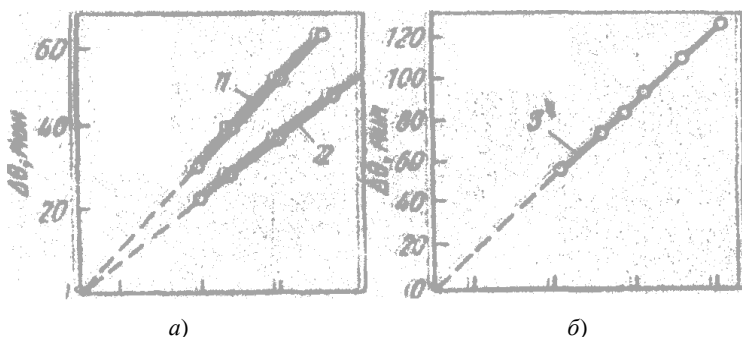


Рис. 13.3. Зависимость междублетных расстояний для линий тетрагональных дублетов от содержания углерода в стали

Необходимо помнить, что такую методику определения содержания углерода в мартенсите можно применять только для свежезакаленных высокоуглеродистых сталей с относительно низкой температурой начала мартенситного превращения (M_n). При содержании углерода менее 0,6% указанные дублеты не разрешаются. В том случае, когда M_n выше 150°C , даже при больших % содержания углерода, на положение одной из линий дублета мартенсита «закалки» влияет присутствие линий мартенсита «отпуска», Тетрагональность кристаллической решетки мартенсита «отпуска», содержащего около 0,2% углерода мала и его дублет не разрешается. Например, для дублета линии $\{211\}$, снятой в $\text{Fe}\alpha$ излучении, междублетное расстояние $\Delta 2\theta$ составляет $20'$. Следовательно, в этом случае речь

идет уже не о дублете, а о триплете: две линии мартенсита закалки и одна – мартенсита отпуска (рис. 13.4).

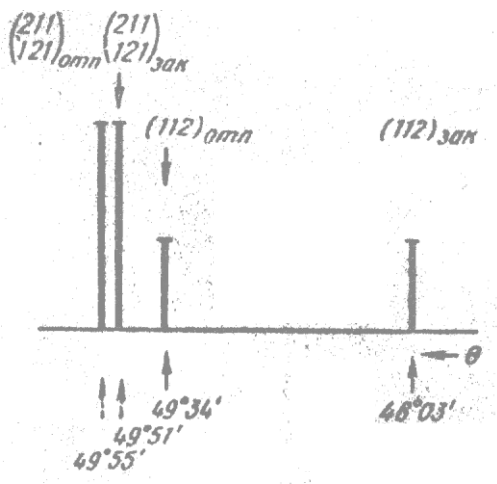


Рис. 13.4. Схема расположения линий мартенсита закалки (211,121-112) и мартенсита отпуска (211, 121-112) для высокоуглеродистых сталей

Линия мартенсита отпуска накладывается на одну из линий тетрагонального дублета, что существенно осложняет измерение и расчёт. Убедиться в отсутствии значительного количества мартенсита отпуска можно определив соотношение интенсивностей линий дублета.

Теоретически для свежезакалённого мартенсита соотношение интенсивностей линий дублета

$$J_{\text{HLL},\text{LHH}}/J_{\text{HHH}}=2.$$

Образование мартенсита отпуска приводит к увеличению соотношения измеренных интенсивностей для дублетов (211,121-112) или (200,020-002).

В данной работе предполагается использование прямых измерений междублетного расстояния (рис. 13.5):

1. Провести закалку образца высокоуглеродистой стали (марку указать).
2. Получить дифрактограмму от образца.

3. Пользуясь справочниками проиндцировать линии дифрактограммы и определить их угловое расстояние 2θ .

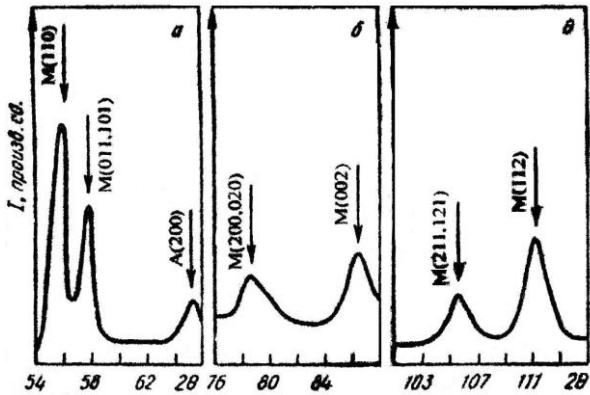


Рис. 5. Дифрактограмма закаленной стали, содержащей 1,7%С, полученная в излучении FeK_α

4. Рассчитать значения параметров «а» и «с» по уравнениям (1) и (2) и углы θ по формуле: $\sin^2\theta=(\lambda^2/4d^2)(H^2+K^2+L^2)$ для линий анализируемого дублета при разных содержаниях углерода. Расчеты вычислений занести в табл. 13.2.

Таблица 13.2

Определение содержания углерода в мартенсите закалённой стали по измерениям междублетного расстояния

С, % по массе	a, А	c, А	a/c	θ_1°	θ_2°	$\sin\theta_1$	$\sin\theta_2$	$\Delta\theta_{\text{теор}}$	$\Delta\theta_{\text{эксп}}$	С, %
0,6										
0,8										
1,0										
1,2										
1,4										

5. Определить при разных процентных содержаниях углерода и построить градуировочный график зависимости $\Theta=(f)$.

6. Измерить углы $\theta_{\text{HLL},\text{LHL}}-\theta_{\text{HLL}}$ и определить содержание углерода в мартенсите.

7. По графику определить содержание углерода в мартенсите.
8. Рассчитать фактические значения периодов решетки мартенсита «а» и «с». Оценить ошибки эксперимента.
9. Все результаты измерений записать в табл. 13.2.

Контрольные вопросы

1. Назвать фазы, образующие структуру конструкционных и инструментальных сталей после закалки, низкого отпуска, высокого отпуска, отжига.
2. Представить схематически вид порошковых рентгенограмм (штрихдиаграммы) высокоуглеродистой отожженной и закаленной стали.
3. От чего зависит степень тетрагональности решетки мартенсита?
4. По какому признаку можно судить о протекании двухфазного распада мартенсита и о наличии «мартенсита отпуска»?
5. Почему в закаленных сталях всегда присутствует $A_{ост}$, от чего зависит его количество, как от него можно избавиться?
6. Какие факторы интенсивности можно не принимать во внимание при сравнении теоретических интенсивностей линий аустенита и мартенсита?
7. Какие нарушения правильного режима термической обработки и как влияют на изменение вида дифрактограммы?

Рекомендуемая литература

1. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие для вузов. – 3-е изд., доп. и перераб. / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСиС, 1994. – 328 с.
2. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ машиностроительных материалов: справ. / Л.И. Миркин. – М.: Машиностроение, 1979. – 134 с.

14. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЭЛЕКТРОНОГРАФИЯ

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

Электроннографический 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:

$$\lambda = \frac{h}{mv^2} \sqrt{1 + \frac{v^2}{c^2}}, \quad (14.1)$$

где h – постоянная Планка; m – 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 учета релятивистской поправки, длина волны определяется уравнением

$$\lambda = \frac{12,225}{\sqrt{U}}, \quad (14.2)$$

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

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

Взаимодействуя с кристаллическим веществом, электронные волны испытывают дифракционное рассеивание (подобно рентгеновским лучам).

Чаще всего задачи электронографии аналогичны задачам рентгеноструктурного анализа. Методы электронографии обычно применяют для структурного анализа очень тонких пленок (0,01 мкм) и порошков, а также поверхностных слоев массивных образцов. Электроннографический анализ проводят с помощью специального прибора – электронографа. Для получения дифракционной картины может быть использован почти любой электронный микроскоп, однако электронографы имеют особенности конструктивного строения, сообщаемые исследуемому объекту дополнительную подвижность. Это имеет большое значение при исследованиях.

Принцип работы электронографа

Электронограф – электронно-оптический вакуумный прибор (рис. 14.1). Источником электронов является электронная пушка ЭП. Электроны, испускаемые раскаленной нитью, пройдя через ряд диафрагм, ускоряются высоким напряжением до 100 кВ. Ускоренные электроны попадают в систему электромагнитных линз, которая состоит из двух конденсоров L_1 и L_2 и двух юстировочных катушек K_1 и K_2 . Конденсоры представляют собой электромагниты с катушками, намотанными на общий корпус. Магнитные поля конденсоров, действуя на электроны, фокусируют их в узкий пучок.

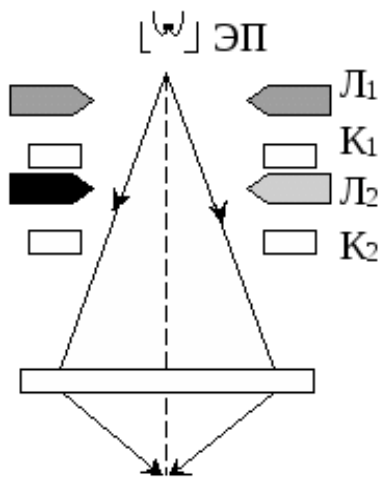


Рис. 14.1. Принципиальная оптическая схема электронографа ЭГ-100М

Сфокусированный пучок электронов попадает на образец, изготовленный в виде тонкого поликристаллического слоя исследуемого вещества, нанесенного на органическую пленку.

Пройдя сквозь образец и испытав в нем отклонения, электроны попадают на экран, где расположена камера, предназначенная для визуального наблюдения и фотографирования электронограммы объекта.

Приготовление образцов для исследования «на просвет»

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 пленок, которые исследуются на просвет. Электронограммы в этом случае получаются более четкими и расшифровка их более простая. Исследуемые пленки должны быть очень тонкими (10^{-7} см).

Существует несколько методов получения таких пленок:

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

В качестве подкладки применяют чаще всего пленку коллодия, которую готовят из раствора целлулоида.

Металлические пленки, получаемые конденсацией из пара в вакууме, могут быть по составу простыми (чистые металлы) или сложными (сплавы). Структура пленок (тип решетки и ее искажения, размеры частиц и несплошностей) существенно зависит от их толщины, скорости испарения, материала и температуры подложки.

Приготовление образцов для исследования «на отражение»

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 пленок и прочих загрязнений применяют электролитическую полировку и промывку в различных средах.

Размер образца при работе «на отражение» должен быть таким, чтобы пучок электронов скользил по поверхности образца на длине 5–10 мм.

Эталонные образцы

Как и всякий оптический прибор, электронограф перед работой должен быть тщательно отъюстирован. Юстировка приборов такого класса процесс сложный, требует специальной подготовки персонала и выполняется оператором, который обслуживает прибор.

Для проверки качества юстировки и повышения точности расчета электронограмм обычно производится съемка эталонных образцов. В качестве эталонов используют вещества, которые характеризуются постоянным составом и устойчивым рядом межплоскостных расстояний. Обычно используют в качестве эталонов каменную соль (NaCl) или оксид магния (MgO).

Устройство компаратора

Компаратор является прибором, измеряющим расстояния с точностью до 10^{-3} мм (рис. 14.2). Компаратор имеет два микроскопа, жестко связанных между собой. Негатив рассматривается через левый микроскоп 1, называемый визирным.

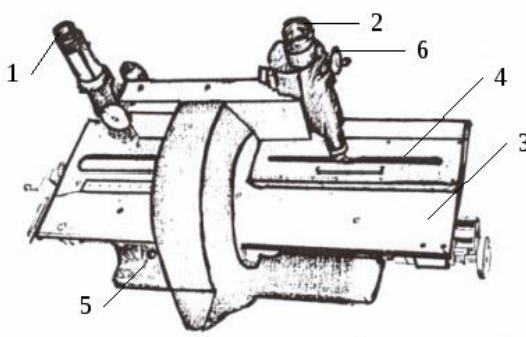


Рис. 14.2. Устройство компаратора

С помощью правого микроскопа 2, называемого отсчетным, определяется положение передвигаемого столика 3 с фотопластинкой, по закрепленной в нем стеклянной миллиметровой шкале 4, рассматриваемой через окуляр микроскопа. Шкала прибора и измеряе-

мый объект должны быть равномерно освещены, что достигается с помощью зеркал, закрепленных в задней части прибора.

В процессе измерения не следует менять положение и освещенность зеркал. Открепив винт 5, подвижной столик перемещают до тех пор, пока в центре поля зрения визирного микроскопа не будет видна левая часть исследуемого дифракционного кольца, после чего винт 5 закрепляют. После точной наводки на штрих объекта (дугу дифракционного кольца) производят отсчет по спиральному окулярному микрометру, помещенному внутри отсчетного микроскопа.

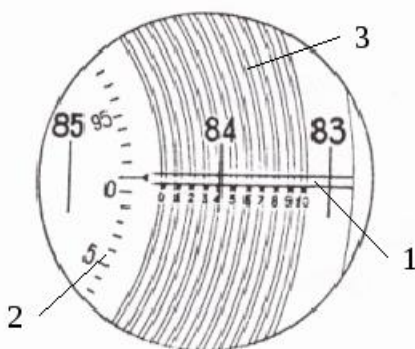


Рис. 14.3. Спиральный окулярный микрометр

В поле зрения отсчетного микроскопа (рис. 14.3) одновременно видны: два-три штриха миллиметровой шкалы, обозначенные крупными цифрами («83», «84», «85»); неподвижная шкала 1 десятых долей миллиметра с делениями от 0 до 10; круговая шкала 2 для отсчета сотых и тысячных долей миллиметра и десять двойных витков спирали 3.

Чтобы произвести отсчет, необходимо предварительно маховичком 6 подвести двойной виток спирали так, чтобы миллиметровый штрих, находящийся в зоне двойных витков, оказался точно посередине между линиями двойного витка (см. рис. 14.2). Индексом для отсчета миллиметровых делений шкалы компаратора является нулевой штрих неподвижной (горизонтальной) шкалы десятых долей миллиметра. Если штрих миллиметровой шкалы расположен вправо от индекса, то это означает, что данный миллиметровый штрих уже прошел индекс, а ближайший, больший миллиметровый

штрих, еще не дошел до индекса. На рис. 14.3 миллиметровый штрих «84» уже прошел индекс (отметку «0»), а ближайший штрих «85» еще не дошел до него. Отсчет будет 84 мм плюс отрезок от штриха шкалы десятых долей миллиметра. Этот отрезок содержит десятые, сотые, тысячные и десятитысячные доли миллиметров. Число десятых долей миллиметра показывает цифра последнего пройденного штриха шкалы 1 (на рис. 14.3 – «3»). Сотые и тысячные доли миллиметра отсчитываются по шкале 2, индексом служит указатель шкалы 1 на рис. 14.3; цена деления круговой шкалы – 0,001 мм. Десятитысячные доли миллиметра оцениваются на глаз; индекс точно совпадает со штрихом «99» круговой шкалы, поэтому окончательный отсчет будет 84,3990 мм. После того, как произведен отсчет, перемещением стола вводят дугу правой половины того же дифракционного максимума в центр визирного микроскопа и вновь производят отсчет по правому (отсчетному) микроскопу. Разность двух отсчетов дает диаметр дифракционного кольца.

Выполнение работы

1. Измерить на компараторе диаметры трех центральных дифракционных колец на электронограммах окиси магния (MgO) и золота (Au), полученных при напряжении на электронографе 60 кВ. Определить радиусы r колец (рис. 14.4).



Рис. 14.4. Электронограмма кристаллического вещества.
Индексы Миллера: 1 – (111); 2 – (200); 3 – (220)

2. Используя результаты измерений электронограмм, вычислить длину волны де-Бройля электронов. Для трех указанных колец порядок $n = 1$. Период идентичности для Au равен $d = 0,406$ нм, для MgO $d = 0,447$ нм. Для электронографа ЭГ-100М, на котором были

получены и сфотографированы исследуемые электронограммы $L=755$ мм. Индексы Миллера для простой кубической решетки Au и MgO указаны на рис. 14.4.

3. Повторить пункты 1 и 2 для электронограмм MgO и Au, полученных при напряжениях 80 и 100 кВ.

4. Сравнить полученные экспериментально длины волн де-Бройля с вычисленными по формуле (14.2) и по более точной формуле (14.3), учитывающей релятивистскую зависимость массы электрона от скорости:

$$\lambda = \frac{12,225}{\sqrt{U}} (1-0,489 \cdot 10^{-6}) \text{ нм.} \quad (14.3)$$

5. Составить отчет о работе:

5.1. Написать название и цель работы.

5.2. Кратко изложить физические основы электронографического анализа, его задачи и области применения.

5.3. Кратко описать устройство и принцип работы электронографа, нарисовать его принципиальную оптическую схему.

5.4. Изложить основные требования, предъявляемые к образцам для электронографического анализа, описать методики их приготовления.

5.5. Выполнить первичный расчет предложенной электронограммы.

Результаты измерений и рассчитанные по ним длины волн должны быть представлены в виде следующей таблицы:

Номер кольца	Положение концов диаметра		Радиус кольца	Длина волны λ , нм		
	левого	правого		эсп.	теор.	релят.

Контрольные вопросы

1. Физические основы электронографического анализа.
2. Принципиальная оптическая схема электронографа.
3. Требования к подготовке образцов для электронографического анализа.

4. Как готовятся образцы для съемки «на просвет»?
5. Как готовятся образцы для съемки «на отражение»?
6. Порядок индирования электронограммы.

Рекомендуемая литература

1. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие для вузов / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСиС, 1994. – 328 с.
2. Савельев И.В. Курс общей физики. Кн.5 / И.В. Савельев. – М.: Наука, 1999. – 211 с.
3. Трофимова Т.И. Курс физики / Т.И. Трофимова. – М.: Высш. шк., 1998. – 156 с.
4. Детлаф А.А. Курс физики / А.А. Детлаф, Б.М. Яворский. – М.: Высш. шк., 1998. – 278 с.

Оглавление

1. МАКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ.....	3
2. ФРАКТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛОИЗДЕЛИЙ.....	12
3. МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ.....	22
4. КОЛИЧЕСТВЕННАЯ МЕТАЛЛОГРАФИЯ.....	35
5. СПЕЦИАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ МИКРОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА.....	42
6. ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫЙ МИКРОСКОП ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ МИКРОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ.....	53
7. ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ И ПРИЕМЫ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ МЕТАЛЛОГРАФИИ МАТЕРИАЛОВ..	67
8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА.....	80
9. ОСНОВЫ ПРАКТИЧЕСКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ.....	89
10. КАЧЕСТВЕННЫЙ ФАЗОВЫЙ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ.....	104
11. ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА.....	111
12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА РЕШЕТКИ РЕНТГЕНОВСКИМ МЕТОДОМ.....	119
13. МЕТОДИКИ КАЧЕСТВЕННОГО И ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОГО ПРИКЛАДНОГО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА.....	126
14. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЭЛЕКТРОНОГРАФИЯ.....	135

Учебное издание

Бровер Галина Ивановна
Пустовойт Виктор Николаевич
Бровер Андрей Владимирович
Дука Валентина Владимировна

МЕТОДЫ СТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА МАТЕРИАЛОВ

Редактор Е.В. Хейгетян
Компьютерная обработка: Е.В. Хейгетян

В печать 18.10.2018.

Формат 60х84/16. Объём 9,0 усл. п.л.

Тираж 100 экз. Заказ № 925. Цена свободная

Издательский центр ДГТУ

Адрес университета и полиграфического предприятия:
344000, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина