




ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
УПРАВЛЕНИЕ ДИСТАНЦИОННОГО ОБУЧЕНИЯ И ПОВЫШЕНИЯ
КВАЛИФИКАЦИИ

Кафедра «Физическое и прикладное материаловедение»

Учебное пособие

по дисциплине

«Кристаллография и дефекты кристаллического строения»



Авторы
Пустовойт В. Н.,
Долгачев Ю. В.

Ростов-на-Дону, 2019

Аннотация

Учебное пособие предназначен для студентов очной формы обучения направления 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов», а также для студентов и магистрантов других технических специальностей, изучающих курсы «Материаловедение», «Материаловедение и технология конструкционных материалов» и предназначено для теоретического и практического освоения приемов изучения структуры кристаллических материалов.

Авторы

д.т.н., профессор кафедры «Физическое и прикладное материаловедение»
Пустовойт В.Н.,
к.т.н., доцент кафедры «Физическое и прикладное материаловедение»
Долгачев Ю.В.



Оглавление

Лабораторная работа №1	4
ИНДИЦИРОВАНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ПЛОСКОСТЕЙ И НАПРАВЛЕНИЙ. ПЛОТНОСТЬ УПАКОВКИ АТОМОВ В КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУРАХ.....	4
Лабораторная работа №2	9
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА РЕШЕТКИ РЕНТГЕНОВСКИМ МЕТОДОМ	9
Лабораторная работа №3	15
КОЛИЧЕСТВЕННАЯ МЕТАЛЛОГРАФИЯ	15
Лабораторная работа №4	21
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	21
Лабораторная работа №5	27
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛОВ.....	27
Лабораторная работа №6	31
ИЗУЧЕНИЕ МОРФОЛОГИИ ПРОДУКТОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ	31
ЛИТЕРАТУРА.....	37
ПРИЛОЖЕНИЕ	38
ПЕРИОДЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РЕШЕТОК НЕКОТОРЫХ МЕТАЛЛОВ	38

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

ИНДИЦИРОВАНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ПЛОСКОСТЕЙ И НАПРАВЛЕНИЙ. ПЛОТНОСТЬ УПАКОВКИ АТОМОВ В КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУРАХ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: Приобретение практических навыков индцирования кристаллографических плоскостей и направлений. Решение задач по определению плотности упаковки атомов.

1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ

Идеальный кристалл – застывшая схема, в которой неподвижные атомы образуют правильную систему точек. Способом описания структуры идеального кристалла является пространственная решётка. Пространственная решётка – это воображаемая пространственная сетка, в узлах которой находятся атомы.

Допущения модели пространственной решётки: а) атомы в структуре идеального кристалла представляются в виде жёстких сфер, данной сферой описывается область пространства, в которой располагается ядро атома и все электроны, кроме валентных; б) между атомами расстояние много меньше, чем это показано на модели; в) между атомами нет жёстких механических связей.

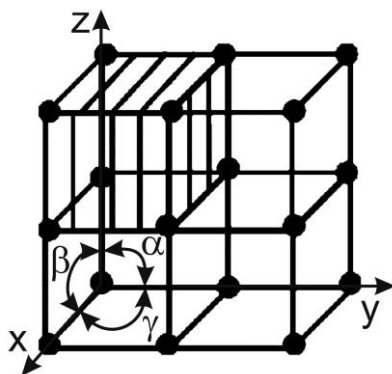


Рис.1. Заштрихована элементарная ячейка кристаллической решётки

Элементарная ячейка – это минимальный объем пространственной решетки, который дает представление об атомной структуре кристалла в целом. Внутри пространственной решётки всегда можно выделить минимальный объём, который даёт представления о кристалле в целом. При последовательной трансляции минимального объёма вдоль осей координат можно построить весь кристалл (рис.1).

Для описания элементарной кристаллической ячейки необходимо знать периоды трансляции (периоды ячейки) (a, b, c) и углы между

трансляционными осями (α, β, γ) . Ячейки отличаются друг от друга степенью симметричности. Различают 7 видов ячеек (сингоний). Симметричность ячейки определяется количеством элементов симметрии (центров, плоскостей и осей). Различают простые (или примитивные) ячейки, в которых атомы располагаются только в вершинах элементарного параллелепипеда, и сложные - содержащие атомы на гранях, ребрах или внутри ячейки. С учётом этого обстоятельства, количество ячеек увеличивается до 14. Данные решётки называются решётками Бравэ. Подавляющее большинство металлических кристаллов образуют одну из 3-х сложных ячеек: 1) объёмно-центрированная кубическая (ОЦК); 2) гранецентрированная кубическая (ГЦК); 3) гексагональная плотно упакованная (ГПУ).

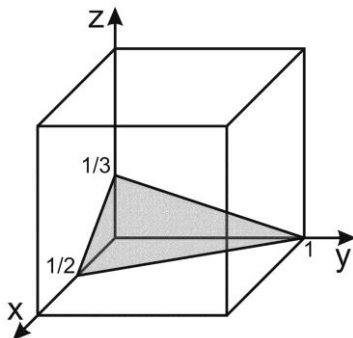
Плотность упаковки атомов в кристаллических структурах характеризуется **координационным числом** – это количество атомов, находящихся на минимальном и одинаковом расстоянии от данного атома. Например, в ОЦК решетке для каждого атома число таких соседей будет равно восьми (К8). Чем выше координационное число, тем плотнее располагаются атомы.

Коэффициент укладки – это количественная характеристика плотности упаковки атомов в решётке, вычисляется следующим образом:

$$\eta = \frac{V_{ат} \cdot n}{V_{яч}}, \text{ где } n - \text{ число атомов, приходящееся на одну ячейку; } V_{ат}$$

- объём атома; $V_{яч}$ - объём ячейки. Например, для ОЦК решетки $\eta = 0,68$ - это означает что 68% объёма ячейки занято атомами, а остальное приходится на межатомные пустоты.

Индексы плоскостей – это отрезки, которые плоскости отсекают на осях координат, взятые обратными величинами и приведенные к системе 3-х целых рациональных чисел: (hkl) - индексы Миллера.



На рис. 2 изображена плоскость, которая отсекает на осях координат соответствующие отрезки: $x=1/2$; $y=1$; $z=1/3$ периода. Находим обратные величины: 2, 1, 3. Если бы получались дробные значения, то их надо было бы привести к системе трёх рациональных чисел. Таким образом, данная плоскость имеет следующие индексы: (213) .

Если плоскость параллельна оси координат, то индекс по этой оси будет равен 0, т.к. эта плоскость отсекает на координатной оси отрезок равный бесконечности.

Рис.2. К определению индексов плоскости

Рассмотрим кубическую ячейку, изображённую на рис. 2, плоскости её граней имеют следующие индексы: передняя (100) , задняя $(\bar{1}00)$, правая (010) , левая $(0\bar{1}0)$, верхняя (001) , нижняя $(00\bar{1})$. Все плоскости имеют одинаковый набор индексов. Данные плоскости образуют семейство кристаллографически идентичных плоскостей $\{100\}$. В данном случае указано семейство куба, т.к. при пересечении в пространстве шести кристаллографических плоскостей образуется куб. Признаки кристаллографически идентичных плоскостей: а) одинаковый набор индексов; б) одинаковое межплоскостное расстояние; в) одинаковое расположение атомов во всех плоскостях этого семейства.

Индексы направления – координаты любой точки на векторе направления, начало которого лежит в начале координат. Берется любая точка на направлении, определяют её координаты, используя период как единицу длины, и приводят эти координаты к системе трех целых рациональных чисел.

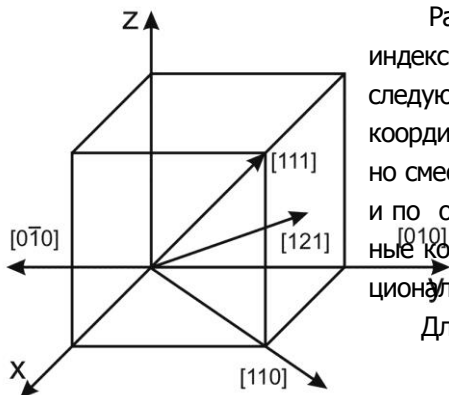


Рис. 3. К определению индексов направлений

Направления указывают в квадратных скобках, а семейства направлений в треугольных, например, $\langle 100 \rangle$ семейство направлений легкого намагничивания в кубической решётке, включающее направления $[100]$, $[\bar{1}00]$, $[010]$, $[0\bar{1}0]$, $[001]$, $[00\bar{1}]$.

Для удобства при определении или построении плоскостей и направлений начало координат (откуда исходят оси) можно переносить в любой узел решётки.

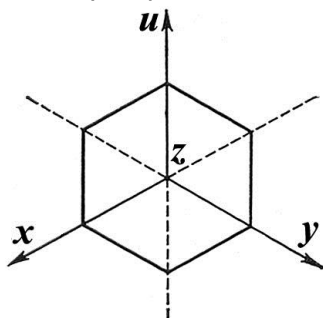


Рис. 4. Оси гексагональной сингонии

Рассмотрим направление $[121]$ на рис. 3, индексы этого направления определяются следующим образом: чтобы попасть из начала координат в точку на этом направлении нужно сместиться по оси x на $1/2$, по оси y на 1 и по оси z на $1/2$ периода решётки, полученные координаты приводим к системе трёх рациональных чисел - получается $[121]$.

Для кристаллов кубической сингонии индексы направлений одинаковы с индексами плоскостей, к которым эти направления перпендикулярны.

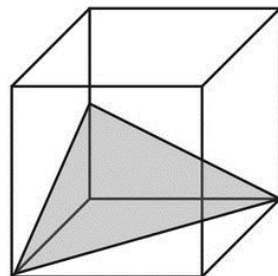
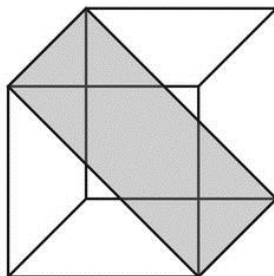
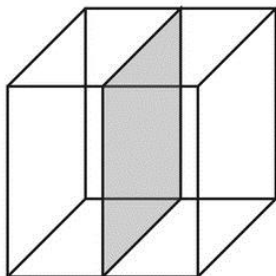
При индцировании плоскостей и направлений в кристаллах гексагональной сингонии существует своя особенность. В гексагональных кристаллах применяется система из четырёх индексов $(h k i l)$, где i - индекс по четвертой оси u (рис. 4), который вычисляется как $i = -(h + k)$. Ось z на рис. 4 направлена перпендикулярно плоскости рисунка. Такая система принята для исключения несоответствия при обозначении кристаллографически идентичных плоскостей (см. контекст лекций).

2. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

2.1. Уясните цель работы.

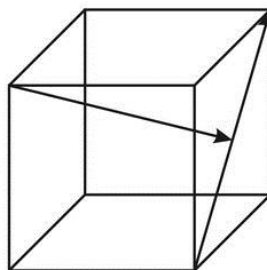
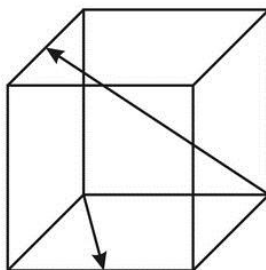
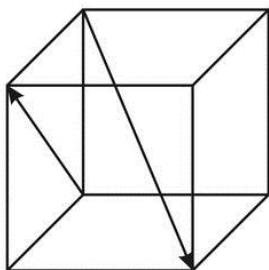
2.2. Изучите основные представления об особенностях обозначения кристаллографических плоскостей и направлений, пользуясь настоящим методическим указанием и лекционным конспектом.

2.3. Определите индексы Миллера следующих плоскостей:



2.4. Изобразите следующие плоскости в решетке кубической сингонии: (101) , $(\bar{1} \bar{1} 1)$, (002) , $(3 \bar{2} 1)$, $(22 \bar{2})$.

2.5. Определите индексы следующих направлений:



2.6. Изобразите следующие направления в решетке кубической сингонии: $[011]$, $[\bar{1} \bar{1} \bar{1}]$, $[201]$, $[\bar{2} 10]$, $[\bar{1} \bar{1} \bar{2}]$.

2.7. Определите индексы всех шести граней гексагональной призмы и индексы осей координат x , y , z .

2.8. Определите коэффициент укладки примитивной кубической ячейки

2.9. Составьте отчет о работе.

3. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

- Цель работы.
- Основные теоретические представления об особенностях обозначения кристаллографических плоскостей и направлений.

- Результаты выполнения заданий из пунктов 2.3 - 2.8.

4. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- Назовите три типа самых распространенных решёток металлических кристаллов.
- Как определить координационное число?
- Что характеризует коэффициент укладки?
- Как определить индексы Миллера для плоскости?
- Как определяются индексы направлений?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА РЕШЕТКИ РЕНТГЕНОВСКИМ МЕТОДОМ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучение методических основ и приемов определения периода кристаллической решетки методом рентгеноструктурного анализа.

1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ И ПРАКТИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРИОДА КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ

Кристаллическая решетка представляет собой совокупность атомных кристаллографических плоскостей, играющих для рентгеновских лучей роль своеобразного зеркала. Направляя рентгеновские лучи на кристаллическую решетку под разными углами Θ и регистрируя детектором отраженные рентгеновские лучи (рис.1), можно построить рентгенограмму - график угловой зависимости интенсивности рентгеновских лучей от данной системы атомных плоскостей. По угловому положению соответствующих рефлексов рентгеновских дифракционных линий (РДЛ) на рентгенограмме (рис.2) можно определить межплоскостное расстояние d и период кристаллической решетки a .

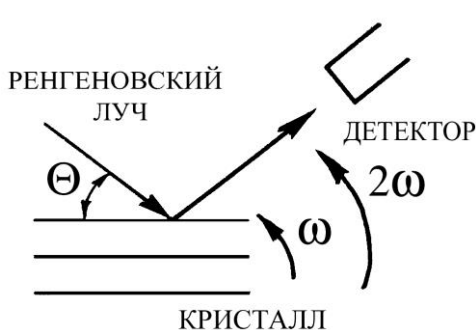


Рис.1.Схема отражения рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристалла

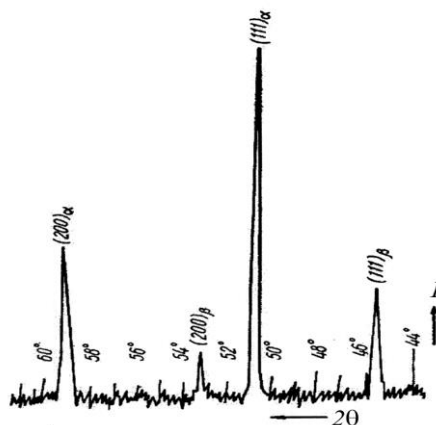


Рис.2. Участок дифрактограммы меди

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 оси рентгеновского пучка с угловыми скоростями ω (образец) и 2ω (детектор), 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. Для регистрации рентгеновской дифракционной картины применяются счётчики квантов излучения (газовые, сцинтилляционные, пропорциональные). В результате получают автоматическую запись зависимости интенсивности рассеянного излучения от угла дифракции, называемую дифрактограммой (рис. 2).

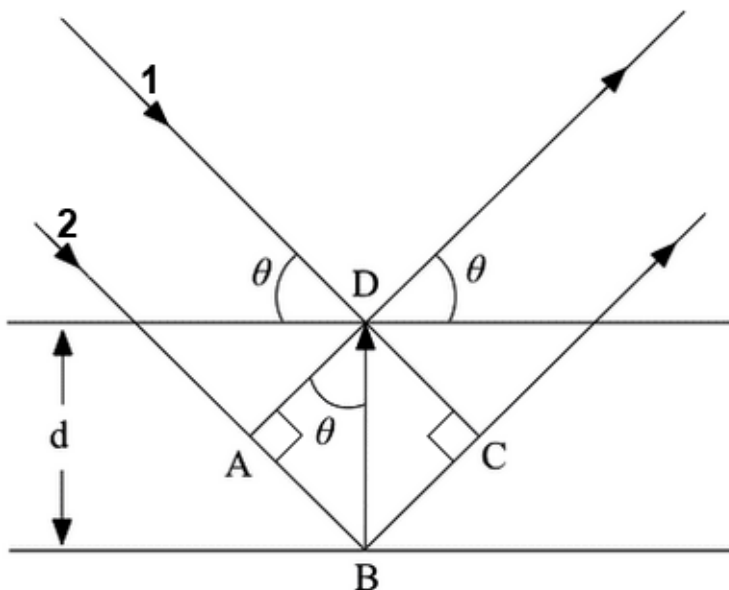


Рис.3. К выводу формулы Вульфа-Брэгга

Рефлекс в соответствующем угловом положении рентгенограммы появится в том случае, если отраженные от разных плоскостей рентгеновские лучи усиливают друг друга. Это имеет место когда разность хода рентгеновских лучей 1 и 2 между атомными плоскостями с межплоскостным расстоянием d равна целому числу длин волн, т.е. $AB+BC=n\lambda$ (см. рис.3), где n - порядок отражения, в данном случае равный единице. В свою очередь из геометрических соображений $AB=BC=d \cdot \sin\theta$. Отсюда условие усиления рентгеновских лучей, падающих на систему плоскостей в кристалле, имеет вид

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

Это основное уравнение дифракции, которое называется формулой Вульфа-Брэгга. При выполнении этого условия на дифрактограмме регистрируется рефлекс.

По угловому положению дифракционных рефлексов, полученных от плоскостей с различными кристаллографическими индексами (hkl) в излучении с известной длиной волны λ можно, используя формулу Вульфа-Брэгга, определить межплоскостное расстояние d и период

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

кристаллической решётки a по специальным формулам (см. ниже). 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 ($K\alpha_1$, $K\alpha_2$, $K\beta$), характеризующихся своими длинами волн. Поэтому на дифрактограмме появляются три системы рефлексов от одних и тех же атомных плоскостей. Для устранения $K\beta$ - излучения применяют специальные фильтры при рентгеновской съемке. Рентгеновский анализ проводят по более интенсивному $K\alpha$ -излучению, если полученный рефлекс разрешен, т.е. можно выделить часть рефлекса от $K\alpha_1$ - и $K\alpha_2$ -излучений, либо по суммарному ($K\alpha_1 + K\alpha_2$)-излучению, если рефлекс не разрешен. В первом случае используют длину волны $\lambda K\alpha_1$, а во

втором - $\lambda K\alpha_{cp} = \frac{\lambda K\alpha_1 + \lambda K\alpha_2}{2}$. Длины волн $\lambda K\alpha_1$ и $\lambda K\alpha_2$

железного излучения равны соответственно 0,193597 и 0,193091 нм. Периоды решетки a , b , c связаны с межплоскостным расстоянием d и кристаллографическими индексами атомных плоскостей h , k , l через, так называемую, квадратичную форму для прямоугольных систем - ромбической ($a \neq b \neq c$), тетрагональной ($a = b \neq c$), кубической ($a = b = c$):

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

В частном случае, для кубической системы квадратичная форма имеет следующий вид $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$. Таким образом, расчетная зависимость для определения периода a кристаллических решеток кубической системы имеет вид:

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3)$$

Из зависимости (3) видно, что для определения периода a решетки кубической системы достаточно определить угловое положение одно-

го 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 .

Угловое положение дифракционных рефлексов может определяться по максимуму (максимальной ординате) рефлекса и методом средних точек.

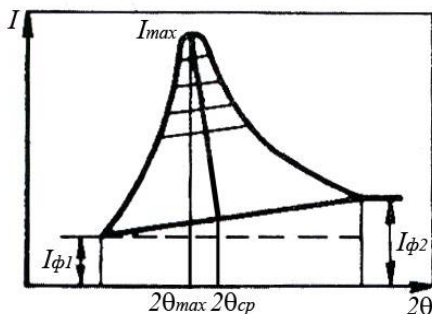


Рис.4. Схема к определению положения центра тяжести дифракционной линии методом средних точек

При определении положения максимума профиля РДЛ методом средних точек (рис. 4) в его верхней части проводят несколько секущих, параллельных линии фона. Затем определяют точки положения середин отрезков, которые соединяют линии профиля лежащие по разные стороны от максимума.

Полученные точки соединяют кривой, которая экстраполируется до усреднённой линии фона. Полученной точке пересечения соответствует угол отражения 2Θ , который и определяет положение максимума профиля РДЛ.

2. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- 2.1. Уясните цель работы.
- 2.2. Изучите методические основы и приемы рентгеновского метода определения кристаллической решетки.
- 2.3. По дифрактограмме определите угловое положение рефлекса по максимуму (максимальной ординате) рефлекса или, если необходимо, методом средних точек
- 2.4. Определите значение угла Θ и $\sin\Theta$.
- 2.5. Найдите длину волны рентгеновского излучения от железного

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

источника. Для железного излучения длины волн $\lambda_{K\alpha_1}$ и $\lambda_{K\alpha_2}$ равны соответственно 0,193597 и 0,193091 нм. Определите их среднее

$\lambda_{K\alpha_{cp}}$ и используйте это значение далее как λ .

2.6. Зная длину волны λ и $\sin\theta$ по формуле Вульфа-Брэгга (1) вычислите межплоскостное расстояние d .

2.7. По квадратичной формуле (3) определите период кристаллической решетки a .

2.8. Сверьте полученное значение с табличными данными (см. приложение).

2.9. Изобразите схему кристаллической решетки изучаемого металла и укажите на ней плоскость, по отражению от которой рассчитан период решетки.

2.10. Составьте отчет о работе.

3. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

- Цель работы.
- Методические основы и приемы рентгеновского метода определения периода кристаллической решетки.
- Ход и результаты расчета периода решетки металла.
- Схема кристаллической решетки изучаемого металла с указанной плоскостью, по отражению от которой рассчитан период решетки.
- Рентгенограмма, выданная преподавателем.
- Выводы на основании полученных результатов.

4. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- Как рентгеновские лучи взаимодействуют с кристаллической решеткой?
- Что представляет собой рентгенограмма (дифрактограмма) и что по ней можно определить?
- Покажите схему и выведите условие усиления рентгеновских лучей при отражении от различных атомных плоскостей?
- От чего зависит количество рефлексов на дифрактограмме?.
- От чего зависит точность полученных данных при анализе ди-

фрактограммы?

- Опишите методы определения углового положения дифракционных рефлексов?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ МЕТАЛЛОГРАФИЯ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучение методических основ и приемов количественной металлографии.

1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ И ПРАКТИКА КОЛИЧЕСТВЕННОЙ МЕТАЛЛОГРАФИИ

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 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 - очень точно определяется через размеры структурных элементов универсальной зависимостью Холла-Петча

$$\sigma_T = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-\frac{1}{2}},$$
 где σ_0 и k_y - константы материала; d - размер структурного элемента (например, диаметр зерна).

Широкому распространению весьма трудоемких методов коли-

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

качественной 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 иллюстрирует рис.1, где показан простейший вариант анализа с применением в качестве отсчетного устройства окуляр-микрометра. Осевая линия линейки окуляр-микрометра разделена на 100 частей.

Суммарная длина отрезков этой линии, лежащих на α -фазе (на рис.1 заштрихована), при показанном положении линейки равна 42 делениям ($12+2+9+9$). Объемную долю i -той фазы в линейном методе определяют по формуле

$$V_{\alpha} = \sum_{i=1}^n \frac{l_{\alpha i}}{l}, \quad (1)$$

где $\sum_{i=1}^n \frac{l_{\alpha i}}{l}$ - суммарная длина отрезков, проходящих по α -фазе; l - длина базовой линии (в данном случае линейки окуляр-микрометра).

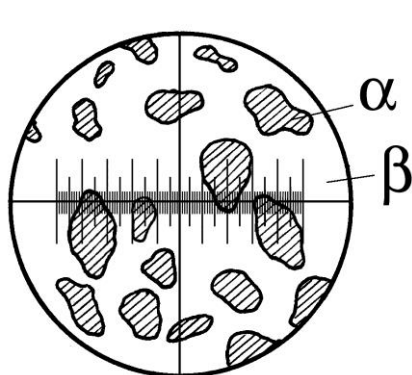


Рис.1. Схема определения объемной доли α -фазы линейным методом

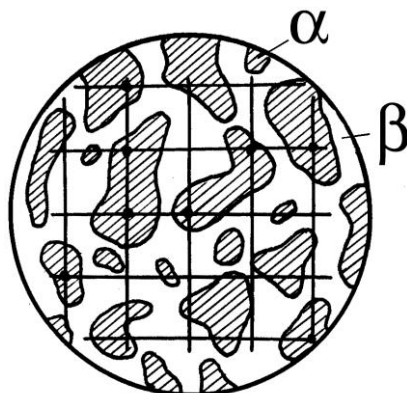


Рис.2. Схема определения объемной доли α -фазы точечным методом

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

$$\varepsilon = K \cdot t \sqrt{\frac{V_\alpha (1 - V_\alpha)}{n}} \quad (2)$$

где n - число измеренных при анализе отрезков; K - коэффициент, зависящий от характера структуры; t - квантиль распределения Стьюдента (нормированное отклонение) зависящий от принятой до-

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

верительной вероятности P (в данной работе для вероятности $P = 0,95$ примем $t = 0,6745$).

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

Сущность точечного метода (метод А. А. Глаголева) иллюстрирует рис. 2, на котором показана двухфазная структура с наложенной на нее квадратной сеткой, имеющей 25 узловых точек. Из них 11 точек попали на участки микрошлифа, занятые α -фазой (на рис.2 заштрихованы). Объемная доля определяется соотношением

$$V_{\alpha} = \frac{n_{\alpha}}{n}, \quad (3)$$

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

В примере, приведенном на рис.2, объемная доля $V_{\alpha} = \frac{11}{25}$ или

0,44. 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

$$\varepsilon = t \sqrt{\frac{V_{\alpha}(1 - V_{\alpha})}{n}}. \quad (4)$$

Располагая информацией об объ- емной доле структурных состав-

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

ляющих можно, например, определить содержание углерода в отожженной углеродистой стали.

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 -

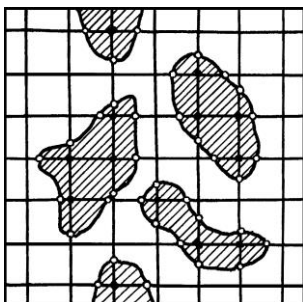
фазы $\sum S_{\alpha}$ (мм²/мм³) применяют метод случайных секущих, а величину $\sum S_{\alpha}$ оценивают отношением удвоенного числа точек пересечения случайных секущих линий с поверхностями соответствующей фазы m к длине секущей линии l

$$\sum S_{\alpha} = \frac{2m}{l}. \quad (5)$$

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

$$\varepsilon_{отн} = \left(\frac{K \cdot t}{\sqrt{m}} \right) \cdot 100\% , \quad (6)$$

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 её объему.

Рис.3. Схема определения относительной удельной поверхности

Этим параметром оценивается дисперсность отдельной фазы и ее термодинамическая устойчивость. Относительную удельную поверхность определяют методом случайных секущих в комбинации с точечным методом (рис.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:

$$S_{\alpha} = \frac{\sum S_{\alpha}}{V_{\alpha}} = \frac{n}{l} \cdot \frac{2m}{n_{\alpha}} \quad (7)$$

В процессе выполнения анализа следует **учитывать увеличение микроскопа**.

2. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- 2.1. Уясните цель работы.
- 2.2. Изучите методические основы и приемы количественной металлографии.
- 2.3. Определите линейным и точечным методом по микрофотографиям или их копиям объемную долю графитных включений в чугунах.

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

Оцените точность полученных результатов.

2.4. Определите удельную поверхность и относительную удельную поверхность графитных включений. **Не забудьте учесть увеличение!** Оцените точность полученных результатов.

2.5. Составьте отчет о работе.

3. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

- Цель работы.
- Методические основы и приемы количественной металлографии.
- Результаты определения линейным и точечным методом объемной доли графитных включений в чугуна; оценка точности полученных результатов.
- Результаты определения удельной поверхности и относительной удельной поверхности графита в чугуна; оценка точности полученных результатов.
- Микрофотография или её копия, выданная преподавателем.
- Выводы на основании полученных результатов.

4. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- Укажите основные задачи металлографического анализа.
- В чем заключается сущность линейного метода количественной металлографии?
- В чем заключается сущность точечного метода количественной металлографии?
- От чего зависит и как оценивается точность линейного и точечного метода количественной металлографии?
- В чем заключается сущность определения удельной поверхности?
- Как определяется относительная удельная поверхность фазы?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучение методических основ и практических приемов электронно-микроскопического определения плотности дислока-

ций в металлах и сплавах.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ

Плотность дислокаций (ПД) ρ является важной характеристикой дислокационной структуры, влияющей на развитие фазовых превращений при термической обработке, характер структурных изменений при пластической деформации и последующем нагреве, на достигаемый уровень различных свойств металлов и сплавов. Она определяется как отношение суммарной длины всех линий дислокаций (D) к объёму кристалла:

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

где l_i - длина i -ой дислокации в кристалле, см; V - объём кристалла, см³.

Так же ПД может быть вычислена, как отношение числа линий D пересекающих единицу поверхности кристалла:

$$\rho = \frac{n}{F}, \quad (2)$$

где n - число линий D ; F - площадь поверхности кристалла, см². При расчетах, F вычисляется как площадь кадра микроструктурного снимка (см. рис. 1) с учётом увеличения. Например, на рис. 1 изображен кадр размером 9×12 см при увеличении в 50000 крат, тогда

$$F = \frac{9 \cdot 12}{50000 \cdot 50000} = 4,32 \cdot 10^{-8} \text{ см}^2 \quad (\text{т.к. площадь измеряется в}$$

см², то и делить надо на увеличение в квадрате).

ПД зависит от способа и режима обработки металлов и сплавов. Например, в отожженных поликристаллических телах ρ находится в пределах $10^7 \dots 10^8 \text{ см}^{-2}$, в то время как в сильнодеформированных может достигать значений $10^{11} \dots 10^{12} \text{ см}^{-2}$. В монокристаллических нитевидных "усах" чистых металлов D практически отсутствуют, в связи с чем характеристики их прочности близки к рассчитанным теоретическим.

Надёжное количественное определение ПД возможно при значениях ρ менее $10^{10} \dots 10^{11} \text{ см}^{-2}$.

2. МЕТОДИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ

Электронно-микроскопическое определение ПД основано на эффекте дифракционного контраста, возникающего в результате взаимодействия электронного пучка со смещенными атомами в поле напряжений вокруг дефекта кристаллической решётки. Вследствие интерференции между проходящим и дифрагированным электронными пучками в просвечивающем электронном микроскопе удастся увидеть изображение линий Д в виде нитей с поперечным размером 10..20 нм. Изучаемый объект должен быть прозрачен для электронов. Поэтому для электронно-микроскопических исследований применяют объекты в виде фольг - утоненных металлических дисков с толщиной исследуемых слоёв примерно 0,1..0,2 мкм. Их получают путем вырезки из массивных образцов дисков толщиной порядка 0,1 мм с последующим утонением механическим и электролитическим полированием до получения отверстия. В процессе изготовления фольг возможно изменение дислокационной структуры, что нужно учитывать при оценке полученных результатов.

Наиболее простой метод определения ПД - **по числу точек выхода** Д на единицу поверхности фольги ***N***. Его необходимо уменьшить вдвое, т.к. на электронно-микроскопическом изображении (на просвет) видны места выхода Д на верхнюю и нижнюю поверхности

фольги, поэтому в формуле (2) $n = \frac{N}{2}$. Например, для дислокационной

структуры на рис. 1 можно видеть что число линий дислокаций ~ 27, при этом видно еще 4 точки выхода, таким образом

$n = 27 + \frac{4}{2} = 29$. При практической реализации метода ПД

определяют как:

$$\rho = \frac{n}{F \cdot \bar{p}}, \quad (3)$$

где \bar{p} - средняя вероятность видимости Д в данном рефлексе. Значе-

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

ние $\bar{\rho}$ зависит от условий дифракционного контраста, определяемых кристаллографическими индексами отражающей плоскости и вектором Бюргера Д. В данной работе, следует принять значение $\bar{\rho}$ для объемно-центрированной кубической (ОЦК) кристаллической решётки, которое составляет $\bar{\rho} = \frac{51}{72}$.

ПД вычисленная по точкам выхода для структуры на рис. 1

составит:
$$\rho = \frac{n}{F \cdot \bar{\rho}} = \frac{29 \cdot 72}{4,32 \cdot 10^{-8} \cdot 51} \approx 9,48 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$$
.

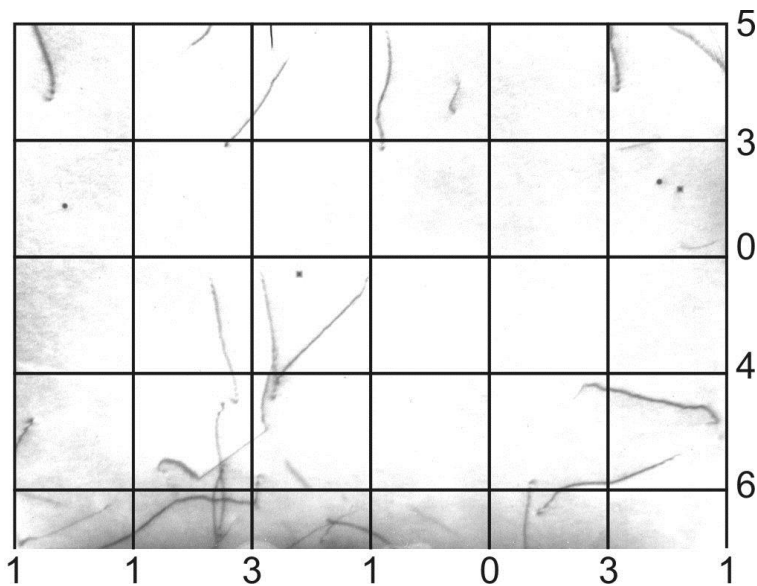


Рис. 1. Микрофотография дислокационной структуры металла с нанесённой квадратной сеткой, $\times 50000$

При таком определении ПД не требуется измерения толщины фольги t и учета локальных поворотов Д во время ее утонения. Однако при высоких значениях ПД ($\rho > 10^9 \text{ см}^{-2}$) не все точки выхода Д отчетливо видны на поверхности фольги. В этом случае пользуются формулой (1), тогда необходимо определить суммарную длину линий Д (а точнее их проекций), для чего обычно используется метод **случайных**

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

секущих. На микрофотографии проводят произвольно ориентированные линии суммарной длиной T и подсчитывают число их пересечений с D q . Например, на рис. 1 число точек пересечения подсчитанное для горизонтальных и вертикальных линий составит: $q = 5+3+0+4+6+1+1+3+1+0+3+1 = 28$. При практической реализации метода ПД ρ определяют как

$$\rho = \frac{q}{t \cdot T} \quad (4)$$

Обычно секущие линии проводят в виде квадратной сетки с размером клетки:

$$h = 2 \cdot t. \quad (5)$$

При вычислении шага квадратной сетки h из соотношения (5) толщину фольги t следует принять равной $2 \cdot 10^{-5}$ см и учесть увеличение снимка. Например, в нашем случае:

$$h = 2 \cdot t = 2 \cdot 2 \cdot 10^{-5} \cdot 50000 = 2 \text{ см.}$$

При подсчете суммарной длины линий сетки $T = \frac{2F}{h}$ для подстановки

в формулу (4) необходимо учесть увеличение. Например, в нашем случае при снимке размером 9×12 см, увеличении 50000 и шаге сетки

$$2 \text{ см получается } T = \frac{2F}{h} = \frac{2 \cdot 9 \cdot 12}{2 \cdot 50000} = 2,16 \cdot 10^{-3} \text{ см.}$$

ПД определенная методом случайных секущих для структуры на рис. 1 составит:

$$\rho = \frac{q}{t \cdot T} = \frac{28}{2 \cdot 10^{-5} \cdot 2,16 \cdot 10^{-3}} \approx 6,48 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}. \quad \text{Полу-}$$

ченный результат по порядку величины совпадает с ПД вычисленной по точкам выхода, однако более точные значения ПД можно получить только при анализе большого количества снимков дислокационной структуры.

При использовании метода секущих оказывается возможным определение ПД вплоть до значений ρ порядка 10^{12} см⁻². Основные недостатки метода: необходимость измерения толщины фольга t и полу-

чение заниженного (до 20%) значения ρ из-за локальных поворотов D в фольге.

3. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- 3.1. Уясните цель работы.
- 3.2. Изучите методические основы электронно-микроскопического определения ПД в металлах и сплавах.
- 3.3. Ознакомьтесь с практическими приемами определения ПД по точкам их выхода на поверхность и методом секущих.
- 3.4. По микрофотографии определите количество линий дислокаций и точек выхода дислокаций на плоскость фольги. Вычислите n .
- 3.5. Вычислите площадь кадра F с учётом увеличения.
- 3.6. Рассчитайте ПД по точкам выхода используя формулу (3).
- 3.7. Нанесите на анализируемую микрофотографию квадратную сетку, размер шага h которой определите по формуле (5), принимая толщину фольги $t = 2 \cdot 10^{-5}$ см и учитывая увеличение.
- 3.8. Подсчитайте число пересечений линий сетки с D (q).
- 3.9. Вычислите суммарную длину сетки $T = \frac{2F}{h}$ с учетом увеличения.
- 3.10. Определите ПД методом секущих по формуле (4).
- 3.11. Составьте отчет о работе.

3. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

- Цель работы.
- Характеристика ПД.
- Методические основы электронно-микроскопического определения ПД в металлах и сплавах.
- Характеристика метода определения ПД по точкам их выхода на поверхность и методом секущих.
- Результаты определения ПД по точкам их выхода на поверхность и методом секущих.
- Микрофотография дислокационной структуры.
- Выводы: сравните результаты, полученные разными методами.

4. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- Дайте определение ПД.
- Какова размерность величины ПД?
- От чего зависит ПД? Приведите примеры реальных значений.
- Каким образом можно определить ПД?
- В чем суть метода определения ПД по точкам их выхода на поверхность?
- В чем суть определения ПД методом секущих?
- Каковы недостатки метода секущих?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛОВ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучение методических основ термического анализа и его использование для определения температуры кристаллизации металлов по кривым охлаждения.

1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ И ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

Переход металла из жидкого состояния в твёрдое с образованием кристаллической структуры называется первичной кристаллизацией. Движущая сила процесса кристаллизации – стремление термодинамической системы обрести состояние с минимальной свободной энергией.

Свободная энергия Гиббса (при постоянном давлении) определяется выражением: $F = U - TS$, где U – внутренняя энергия системы; T – температура; S – энтропия. Внутренняя энергия (U) системы является суммой потенциальных и кинетических энергий всех частиц, составляющих эту систему. Если система изолирована от окружающей среды, то внутри неё энергия неизменна. Энтропия (S) является количественной мерой неупорядоченности системы.

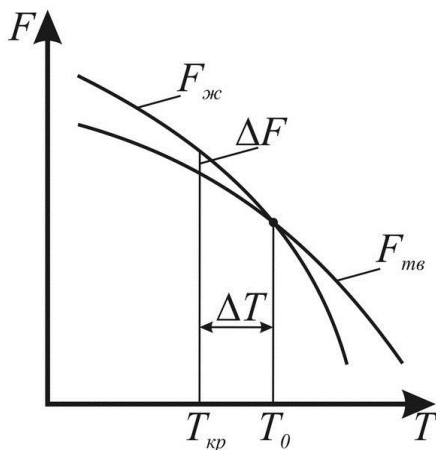


Рис. 1. Зависимость свободных энергий от температуры

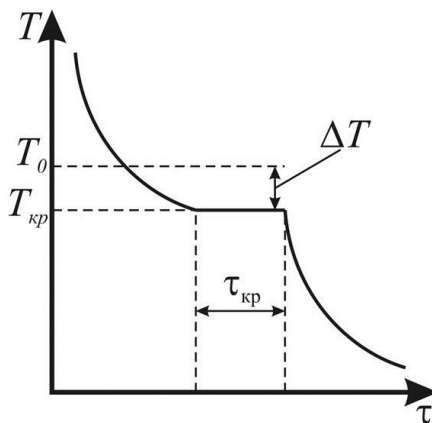


Рис. 2. Кривая охлаждения чистого металла

Равновесная температура кристаллизации (T_0) - это температура, при которой свободные энергии жидкой и твердой фаз равны. На рис.1 показаны зависимости свободных энергий твердой $F_{тв}$ и жидкой $F_{ж}$ фаз от температуры.

При охлаждении в точке T_0 не происходит кристаллизации, т.к. свободная энергия жидкой и кристаллической фаз одинакова. Для начала кристаллизации необходимо переохладить вещество на величину ΔT (степень переохлаждения), чтобы возникла разница свободных энергий ΔF - химическая движущая сила (ХДС).

Кривая охлаждения (рис. 2) - это зависимость температуры от времени, её вид зависит от степени переохлаждения (ΔT). Чем больше степень переохлаждения, тем больше значение ХДС. При охлаждении вещества, в определенный момент, температура перестаёт понижаться (горизонтальный участок на кривой охлаждения), это связано с выделением скрытой теплоты, которая компенсирует естественный теплоотвод. Иногда температура может повышаться, это вызвано большой степенью переохлаждения.

Температуру при которой начинается кристаллизация ($T_{кр}$) называют практической температурой кристаллизации. Её можно определить

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

используя термический анализ - физический метод исследования, основанный на фиксации тепловых эффектов, возникающих при различных внутренних превращениях.

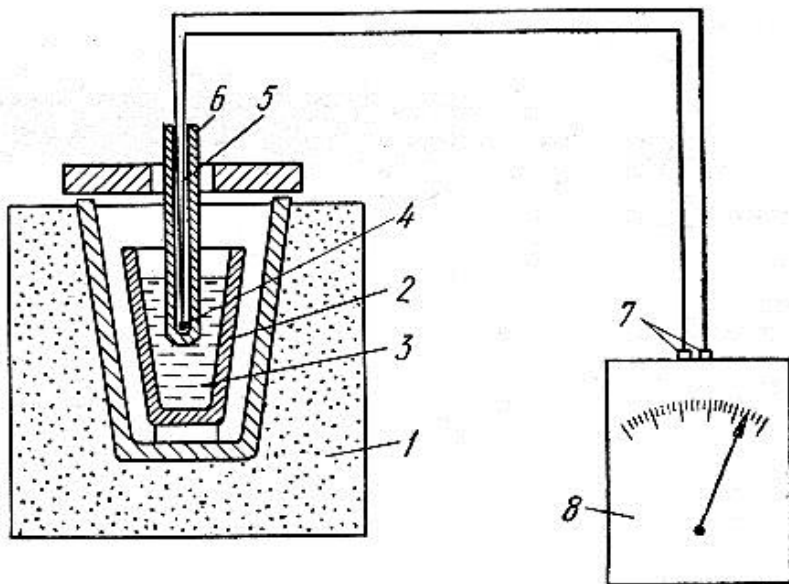


Рис. 3. Схема установки для определения температур кристаллизации металлов и сплавов: 1 – тигельная электропечь; 2 – тигель, 3 – расплав; 4 – горячий спай; 5 – термопара; 6 – защитная гильза; 7 – холодный спай; 8 – потенциометр.

Суть метода термического анализа состоит в том, что испытуемый металл помещают в тигельную электропечь (см. рис. 3) и доводят до расплавления. При этом в тигель введена термопара (5), изолированная от непосредственного контакта с горячим металлом (3) защитной гильзой (6). С помощью термопары измеряют температуру в тигле (2). После расплавления металла, печь (1) выключают и расплав (3) охлаждается равномерно вместе с печью. В процессе охлаждения через определённые промежутки времени (30 сек) регистрируется температура. На основании полученных результатов строятся кривые охлаждения в координатах температура - время (рис. 2).

Принцип действия термопары основан на эффекте Зеебека, суть ко-

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

того состоит в том, что если две проволоки из разных металлов с одного конца сварить (это место будет называться горячим спаем (4)) и нагреть, то на оставшихся свободных концах проволок (холодный спай (7)) с более низкой температурой появиться термоЭДС. Величину термоЭДС можно измеряют потенциометром (8). Чем выше разница температур между горячим и холодным спаем, тем больше термоЭДС. Величина термоЭДС не зависит от диаметра и длины проволок, а зависит от материала проволок и температуры спаев.

Анализ кривых охлаждения позволяет определить температуру кристаллизации благодаря наличию теплового эффекта.

Тепловой эффект обусловлен происходящими фазовыми превращениями. Он вызывает изменение скорости падения температуры: при охлаждении расплавленного металла в момент кристаллизации происходит остановка или резкое замедление падения температуры (при большой степени переохлаждения температура может даже повышаться). Тепловой эффект проявляется в виде аномалии (горизонтальный участок на рис. 2) на кривой охлаждения. По температуре появления этой аномалии можно судить о температуре кристаллизации.

2. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- 2.1. Уясните цель работы.
- 2.2. Изучите основные теоретические представления о процессе кристаллизации и методе термического анализа.
- 2.3. Включите тигельную электропечь, в которую помещён чистый металл (олово или свинец). Когда металл расплавится, выключите печь (указанные операции выполняются с лаборантом).
- 2.4. Во время охлаждения металла от температуры, несколько превышающей температуру плавления, регистрируйте показания термометра через каждые 30 с. Регистрацию температуры прекратите через 2-3 мин. после затвердевания металла.
- 2.5. По полученным данным (значениям температуры и времени) постройте кривую охлаждения в координатах $T = f(\tau)$.
- 2.6. По перегибам на кривой охлаждения (горизонтальном участке)

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

определите температуру кристаллизации ($T_{кр}$).

2.7. По справочным данным равновесная температура (T_0) кристаллизации свинца 327 °С , олова 231,9 °С. Определите степень переохлаждения ($\Delta T = T_0 - T_{кр}$) для вашего случая.

2.8. Составьте отчет о работе.

3. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

- Цель работы.
- Основные теоретические представления о процессе кристаллизации и методе термического анализа.
- Схема установки для определения температур кристаллизации.
- Кривая охлаждения исследуемого металла.
- Результаты термического анализа.
- Выводы на основании полученных результатов.

4. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- Что называют первичной кристаллизацией?
- Что является движущей силой процесса кристаллизации?
- Каким методом определяют температуру кристаллизации?
- Как построить кривую охлаждения?
- Что такое термопара и как она работает?
- Что такое тепловой эффект?
- Как по кривой охлаждения определить температуру кристаллизации?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6

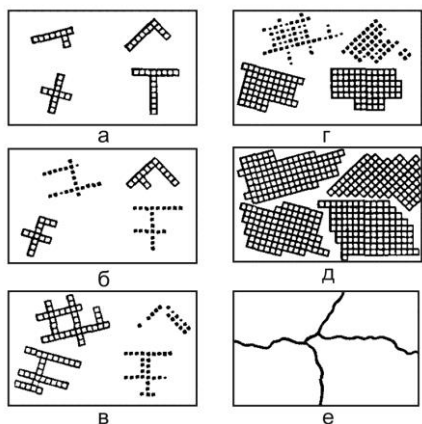
ИЗУЧЕНИЕ МОРФОЛОГИИ ПРОДУКТОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучение особенностей кристаллизации при дендритном механизме роста.

1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ

Процесс кристаллизации начинается с образования зародышей, на которые из жидкой (или газообразной) фазы затем "осаждаются" атомы. Процесс кристаллизации можно подразделить на два этапа: заро-

дышеобразование и рост кристалла.



Ход кристаллизации на стадии роста зародышей показан на рис.1: зародыши вначале растут свободно в расплаве и образуют дендритовидные скелеты кристаллов (рис. 1, а, б, в); далее происходит заполнение скелета, относительно свободное увеличение размеров кристаллов до их взаимного соприкосновения (рис.1, г, д, е). При кристаллизации в большинстве случаев образуются поликристаллы. Только при соблюдении особых условий кристаллизации можно получить монокристалл твердого тела.

Рис.1.Схема кристаллизации

Можно выделить два основных случая образования зародышей:

1. Гомогенное зародышеобразование. Способные к росту зародыши возникают, когда при переохлаждении ΔT достигают термодинамически равновесной для твердого тела температуры. Зародышеобразование в исходной гомогенной жидкой фазе зависит от разницы свободных энергий жидкого и твердого кристаллического состояния ΔG . Величину ΔG можно рассматривать как сумму $\Delta G_{об}$ - характеризующего уменьшение энергии за счёт образования единичного объёма новой фазы (объёмная энергия) и $\Delta G_{пов}$ - характеризующего увеличение энергии системы за счёт образования новых граничных поверхностей (поверхностная энергия):

$$\Delta G = -\Delta G_{об} + \Delta G_{пов} \quad ; \quad (1)$$

$$-\Delta G_{об} = \frac{4\pi r^3 \Delta H_B}{3} \quad ; \quad + \Delta G_{пов} = 4\pi r^2 \gamma \quad ,$$

где r - радиус зародыша; H_B - отнесённая к единице объёма внутренняя энергия образования твердой фазы (выраженная через теплосос-

держание); γ - поверхностная энергия новых границ (поверхностей) при образовании фазы.

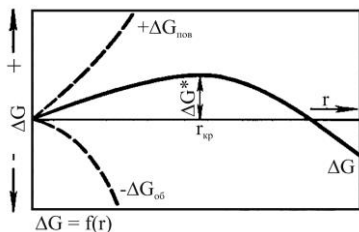


Рис.2. Зависимость свободной энергии от размера зародыша

Зародыш - малая частица данного материала, которая является стабильной фазой или подобная ей и образуется вследствие теплового движения в исходной фазе благодаря случайным встречам частиц, образующих структуру конечной (новой) фазы, обладающей более низкой энергией. Для простоты форму зародыша принимают за сферу радиусом r . Зародышеобразование описывается кривой на рис. 2.

Когда $\Delta G = f(r)$ достигает максимума $\Delta G^* = f(r_{кр})$, где $r_{кр}$ - критический радиус зародыша, то наступает состояние равновесия, т.е. зародыш может с равной вероятностью или исчезнуть, или продолжать расти. При $r > r_{кр}$ уменьшается ΔG и образуется стабильный, способный к дальнейшему росту зародыш, а при $r < r_{кр}$ увеличивается ΔG и зародыш исчезает (растворяется).

2. Гетерогенное зародышеобразование. Для зародышеобразования зачастую нет необходимости в значительном переохлаждении ΔT , а достаточно неоднородностей структуры исходной фазы - дефектов решетки, чужеродных фаз, готовых поверхностей подложек (затравок), которые понижают энергию, необходимую для образования зародыша.

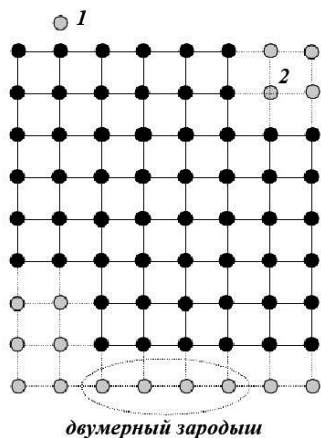


Рис.3. Присоединение атомов к растущему кристаллу

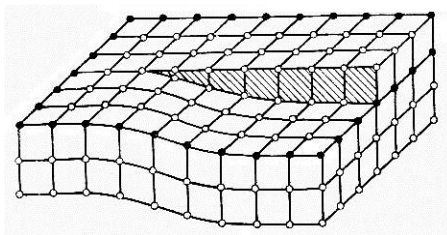


Рис.4. Винтовая дислокация

Процесс роста зародыша иллюстрирует рис. 3. Атом (1) не присоединится к решётке, т.к. одной связи недостаточно, чтобы преодолеть тепловое движение. Атом (2), имея двойную связь, присоединяется к кристаллу. Когда все пороги заполнены, одиночные атомы перестают присоединяться. Выдерживается определённая пауза, время для создания двумерного зародыша, при присоединении которого образуются пороги. Существенно легче идёт процесс роста при наличии винтовой дислокации (рис. 4). Атомы присоединяются к порогу винтовой дислокации, образуя новый порог. Процесс такого заполнения порогов не требует наличия двумерных зародышей.

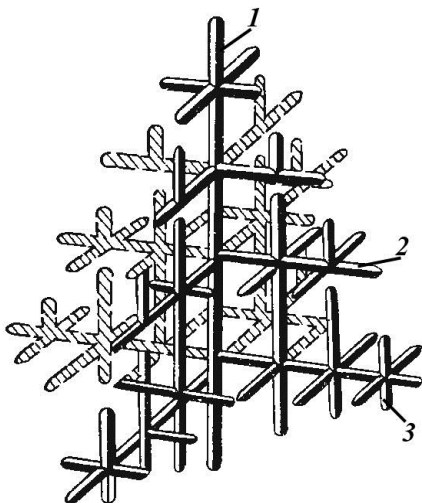


Рис.5. Схема дендрита: 1, 2, 3 - оси 1-го, 2-го и 3-го порядка соответственно

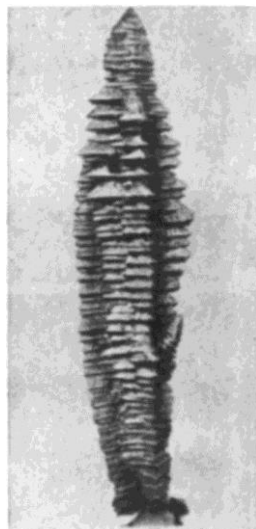


Рис.6. Гигантский дендрит, обнаруженный Д.К. Черновым

Форма и размер зерен, образующихся при кристаллизации, зависят от условий их роста: от скорости и направления отвода тепла, температуры жидкого металла и от содержания примесей. Рост зерна происходит по дендритной (древовидной) схеме (рис. 5). Установлено, что максимальная скорость роста кристаллов наблюдается по плоскостям и направлениям с наибольшей плотностью упаковки атомов. В результате вырастают длинные ветви, которые называются осями первого порядка. По мере роста на осях первого порядка появляются и начинают расти ветви второго порядка, от которых ответвляются оси третьего порядка и т.д. В последнюю очередь идёт кристаллизация в участках между осями дендритов.

Дендриты растут до тех пор, пока не соприкоснутся друг с другом. После этого окончательно заполняются межосные пространства, и дендриты превращаются в кристаллы, по форме близкие к равновесным, с неправильной внешней огранкой. Такие кристаллы называют зернами или кристаллитами. При недостатке жидкого металла для заполнения межосных пространств (например, на открытой поверхности слитка или в усадочной раковине) кристалл сохраняет

дендритную форму. Такой дендрит впервые обнаружен Д.К. Черновым на поверхности усадочной раковины стального слитка массой 100 т (рис. 6). На границах между зернами в участках между осями дендритов накапливаются примеси, появляются поры из-за усадки и трудностей подхода жидкого металла к фронту кристаллизации.

2. СПОСОБ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСТВОРОВ

Этот способ основан на диффузии атомов растворенного вещества к растущему кристаллу при понижении температуры или увеличении концентрации. Выращивание обычно производится на затравках. При выращивании кристаллов из раствора методом охлаждения концентрация раствора растёт из-за того, что растворимость вещества обычно уменьшается при понижении температуры.

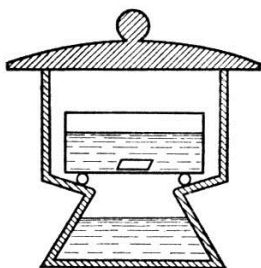


Рис. 7. Схема выращивания монокристалла из раствора

На рис. 7 показана простейшая схема выращивания кристаллов из растворов путем испарения раствора (схема по А.В. Шубникову). Сосуд с растущим кристаллом (затравкой) - так называемый кристаллизатор - помещен в эксикатор, на дне которого находится вещество, поглощающее влагу из раствора (силикагель), из-за чего увеличивается концентрация вещества в растворе и затравка, лежащая на дне эксикатора, растёт.

Стоит помнить, что любая пылинка может стать новым центром кристаллизации и на ней начнут расти новые, мелкие, так называемые паразитные кристаллы, мешающие росту основного кристалла.

3. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- 3.1. Уясните цель работы.
- 3.2. Изучите основные теоретические представления о процессе кристаллизации, дендритном механизме роста и о выращивании монокристалла.
- 3.3. Создайте в стакане с водой пересыщенный раствор гипосульфита: растворяйте (помешивая) в воде порошок гипосульфита до тех пор,

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

пока он не перестанет растворяться (появится осадок).

3.4. Когда осадок окончательно осядет, поместите капельку раствора на стёклышко. Установите стёклышко на предметный столик бинокулярного микроскопа.

3.5. Наблюдайте процесс кристаллизации через каждые 10-15 минут в течение занятия.

3.6. Нарисуйте увиденные картины от начала кристаллизации и до полного затвердевания кристаллов гипосульфита.

3.7. Составьте отчет о работе.

4. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

- Цель работы.
- Основные теоретические представления о процессе кристаллизации и дендритном механизме роста.
- Способ выращивания монокристаллов.
- Картины кристаллизации, наблюдаемые во время эксперимента.
- Выводы на основании полученных результатов.

5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- Назовите две основные стадии процесса кристаллизации.
- Что понимают под критическим радиусом зародыша?
- Чем отличается гетерогенное зарождение от гомогенного?
- Объясните механизм дендритного роста кристаллов.
- Как происходит присоединение атомов к растущему кристаллу?
- Как получить монокристалл?

ЛИТЕРАТУРА

1. Арзамасов Б.Н., Сидорин И.И., Косолапов Г.Ф. и др. Материаловедение. - М.: Машиностроение, 1986. - 384 с.
2. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: Металлургия, 1970. - 366 с.
3. Гуляев А. П. Металловедение. - М.: Металлургия, 1986. - 544 с.

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

4. Лахтин Ю.М. Металловедение и термическая обработка металлов. - М.: Металлургия, 1984. - 360 с.
5. Новиков И.И. Дефекты кристаллического строения металлов.- М.: Металлургия, 1983. - 232 с.
6. Пустовойт В.Н. Исследование структуры термически обработанной стали. - Ростов-на-Дону: РИСХМ, 1981. - 26 с.
7. Русаков А.А. Рентгенография металлов. - М.: Атомиздат, 1977. - 480 с.
8. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. - М.: Металлургия, 1976. - 272 с.
9. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.И., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. - М.: Металлургия, 1982. - 632 с.
10. Циммерман Р., Гюнтер К. Металлургия и материаловедение. - М.: Металлургия, 1982. - 480 с.
11. Шаскольская М.П. Кристаллография. - М.: Высшая школа, 1984. - 376 с.
12. Штремель М.А., Карабасова Л.В., Сатдарова Ф.Ф. Прочность сплава. Лабораторный практикум. - М: МИСИС, 1982. - 110 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ПЕРИОДЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РЕШЕТОК НЕКОТОРЫХ МЕТАЛЛОВ

Элементы	Тип решётки	Период решётки a , Å	Межплоскостное расстояние d , Å
Fe	α , ОЦК	2,86	2,48
Pt	ГЦК	3,92	2,77
Ni	ГЦК	3,52	2,49
Cu	ГЦК	3,61	2,55
Ag	ГЦК	4,08	2,88

Кристаллография и дефекты кристаллического строения

Au	ГЦК	4,07	2,88
Al	ГЦК	4,04	2,86
Pb	ГЦК	4,94	-
Mo	ОЦК	3,14	-
W	ОЦК	3,16	-

1.