

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И ПРОЦЕССОВ

*Методические указания к выполнению лабораторных работ для
студентов бакалавриата направления подготовки 22.03.01*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2016**

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет

Кафедра материаловедения и технологии художественных изделий

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И ПРОЦЕССОВ

*Методические указания к выполнению лабораторных работ для
студентов бакалавриата направления подготовки 22.03.01*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2016

УДК 669.01 (073)

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И ПРОЦЕССОВ: Методические указания к выполнению лабораторных работ / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *Л.Г. Борисова*. СПб, 2016, 31с.

В методических указаниях рассматриваются основные теоретические положения, методика проведения работ, содержание отчетов, исходные данные. При проведении лабораторных работ студенты получают навыки металлографического анализа структуры углеродистых сталей, чугунов и сплавов цветных металлов после обработки.

Предназначены для студентов бакалавриата направления подготовки 22.03.01 «Материаловедение и технология материалов» по профилю «Материаловедение и технология новых материалов».

Табл. 1. Ил. 4. Библиогр.: 6 назв.

Научный редактор проф. *Е.И. Пряхин*

© Санкт-Петербургский горный университет, 2016

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторные работы по дисциплине «Методы исследования материалов и процессов» посвящены выбору и разработке эффективных технологических процессов производства полуфабрикатов, заготовок и изделий из различных конструкционных материалов, и имеют своей целью научить студентов, на основании полученных теоретических знаний, решать конкретные инженерные задачи. При решении этих задач студент должен показать, что он овладел основами технологических процессов получения и обработки материалов и нанесения покрытий; методами определения основных технологических параметров процессов обработки материалов и нанесения покрытий; методами и средствами контроля качества и определения характеристик материалов и покрытий, полуфабрикатов и готовых изделий.

Студент должен знать, что методы исследования материалов и процессов - это наука, изучающая, прежде всего различные способы получения и обработки материалов и покрытий. Повышение надежности и долговечности машин и механизмов в значительной степени зависит от качества конструкционных материалов, рационального способа получения заготовок, их обработки и нанесения защитных покрытий.

В данной методической разработке представлены не только задания, но и инженерная методика расчета основных задач, а также справочные данные, необходимые для выбора тех или иных параметров.

При проведении лабораторных работ каждый студент работает индивидуально, в соответствии с вариантом, выбранным по таблицам исходных данных. Выполненные работы оформляются в виде отчета в печатном варианте на формате А4, представляются на защиту преподавателю, и являются допуском к итоговому контролю знаний дисциплины – экзамену.

Лабораторная работа №1
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ
В МЕТАЛЛАХ

В В Е Д Е Н И Е

Цель работы: ознакомиться с методами рентгенографического определения внутренних напряжений в металлах; определить области когерентного рассеяния и микронапряжения в металлах, подвергнутых пластической деформации при облучении мощным ионным пучком.

Принадлежности: дифрактометр "ДРОН-3М", эталонный и деформированный образцы металлов (облученные мощным ионным пучком).

При приложении к металлическому образцу напряжения, превосходящего предел упругости, металл пластически деформируется. Это приводит к повышению предела упругости, изменяются и другие физические и физико-химические свойства металла. С увеличением степени пластической деформации повышается внутренняя энергия металла, искажается его кристаллическая структура, меняются свойства: металл упрочняется, понижается сопротивление коррозии, увеличивается скорость диффузии и фазовых превращений, понижается плотность, появляется анизотропия свойств, связанная с предпочтительной ориентацией кристаллитов (текстурой).

Типы внутренних напряжений

В основе классификации внутренних напряжений лежит отличие в объемах, в которых эти напряжения уравниваются /1-3/.

1. Под зональными (остаточными) напряжениями (макронапряжениями или напряжениями I-рода) понимают упругие искажения, уравнивающиеся в объеме всего изделия или в его значительной части. При наличии макронапряжений удаление какой-либо части детали приводит к нарушению равновесия между остальными ее частями, что вызывает деформирование (коробление и растрескивание) изделия. Разрушение происходит большей частью под действием растягивающих напряжений. Сжимающие напряжения (их можно создавать специальными технологическими процессами)

снижают чувствительность материала к концентраторам напряжений и повышают усталостную прочность материала.

2. Под микронапряжениями (II-рода) понимают напряжения, которые уравниваются в объеме отдельных кристаллитов или частей кристаллитов (мозаичных блоков). Они могут быть как неориентированными, так и ориентированными (в направлении усилия, производшего пластическую деформацию).

3. Под статическими искажениями решетки (III-рода) понимают напряжения, которые уравниваются в пределах небольших групп атомов. В деформированных металлах статические искажения уравниваются в группах атомов, лежащих у границ зерен, плоскостей скольжения и т.д. Такие искажения могут быть связаны с дислокациями. Смещения атомов из идеальных положений (узлов решетки) могут также возникать в кристаллах твердого раствора из-за различия размеров атомов и химического взаимодействия между одноименными и разноименными атомами, образующими твердый раствор. При наличии микронапряжений и статических искажений удаление части тела не приводит к их перераспределению.

Напряжения разных типов приводит к различным изменениям рентгенограмм и дифрактограмм, что позволяет изучать внутренние напряжения рентгенографическими методами. Макронапряжения вызывают сдвиг интерференционных линий, который становится особенно заметным под большими брэгговскими углами. Микронапряжения и измельчение блоков мозаики (области когерентного рассеяния) приводят к уширению линий. Наибольшее изменение ширины интерференционных линий наблюдают при больших брэгговских углах. Ориентированные микронапряжения могут также вызывать смещение линий. При наличии статических искажений, связанных со смещением атомов из идеальных положений, уменьшается интенсивность интерференционных линий и возрастает диффузный фон. Эффект уменьшения интенсивности особенно заметен для линий с большими индексами.

Определение зональных напряжений (макронапряжений)

Макронапряжения возникают при неоднородном нагреве или охлаждении (например, при сварке, огневой резке), в процессе холодной прокатки или правки готовых изделий, в результате струк-

турных превращений, при химической и механической обработке поверхности (точении, шлифовке, полировке), а также при нанесении электролитических покрытий. Контроль макронапряжений имеет важное значение в практике, так как позволяет значительно повышать надежность изделий в эксплуатации.

Основой рентгеноструктурного метода определения зональных искажений является то, что все атомные плоскости во всех кристаллитах поликристалла, одинаково ориентированные по отношению к действующим упругим силам, однородно меняют свои межплоскостные расстояния (для них $\frac{\Delta d}{d} = \text{const}$).

Напряжения на поверхности образца (рис. 1) можно разложить на главные (σ_1 , σ_2 и σ_3), которые являются нормальными и тангенциальными (к поверхности образца).

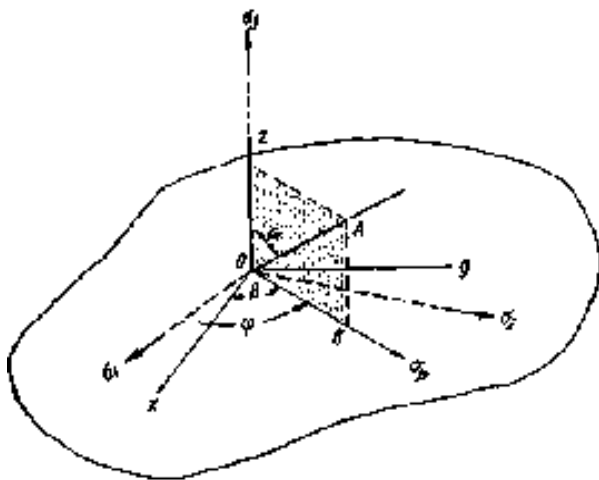


Рис. 1. Угловые соотношения между главными напряжениями σ_1 ; σ_2 ; σ_3 , измеряемым напряжением σ_φ и координатными осями x, y, z

Нормальная составляющая напряжения σ_3 на поверхности равна нулю. Строго говоря, $\sigma_3=0$ только при плосконапряженном состоянии, но в большинстве случаев величиной σ_3 можно пренебречь.

Упругая деформация в поверхностных слоях образца в направлении, перпендикулярном поверхности образца, будет

$$\varepsilon = -\frac{\mu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2), \quad (1)$$

где E - модуль упругости (модуль Юнга);

μ - коэффициент Пуассона.

Если напряжения σ_1 и σ_2 - растягивающие, то ε будет деформацией сжатия и наоборот. Чтобы определить ε , необходимо найти величину изменения межплоскостных расстояний d в атомных плоскостях, параллельных поверхности образца, поскольку $\varepsilon = \frac{\Delta d}{d}$.

В этом случае

$$\frac{\Delta d}{d} = -\frac{\mu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2)$$

или

$$(\sigma_1 + \sigma_2) = -\frac{E}{\mu} \cdot \frac{\Delta d}{d} \quad (2)$$

Определение $\frac{\Delta d}{d}$ может быть произведено съемкой рентгенограмм с поверхности ненапряженного и напряженного образцов. При этом должны быть соблюдены следующие условия:

1. Излучение и отражающие плоскости должны быть подобраны так, чтобы угол отражения был максимально близок к $83-85^\circ$ (практически он равен $75-85^\circ$).

Рекомендуемые излучения для разных металлов и сплавов даны в таблицах приложения /2/.

2. Линии рентгенограммы должны быть острыми и четкими. Для этого следует пользоваться малыми диафрагмами и хорошо подготавливать поверхность образцов.

Ошибка в нахождении $d = \pm 0,0001$ кХ может привести при съемке стальных образцов к ошибке в определении $\sigma_1 + \sigma_2 = 1,7$ кг/мм².

Более сложной является задача определения величины напряжения, действующего на поверхности в данном конкретном на-

правлении (напряжение σ_φ , см. рис. 1).

Экспериментально задача анализа макронапряжений сводится к точному определению межплоскостных расстояний. Существует ряд методик определения напряжений I- рода при съемке дебаеграмм и рентгенограмм, суть некоторых приведена ниже:

1. При определении суммы главных напряжений используют соотношение:

$$\sigma_1 + \sigma_2 = -E/\mu [(d_\perp - d_0)/d_0], \quad (3)$$

где d_0 - межплоскостное расстояние для ненапряженного материала,

d_\perp - среднее межплоскостное расстояние для напряженного материала в направлении, перпендикулярном к поверхности образца.

2. Измерение составляющей напряжения в заданном направлении методом двух съемок проводят по соотношению:

$$\sigma_\varphi = [(d_\psi - d_\perp)/d_\perp] E/(1+\mu), \quad (4)$$

где d_\perp - измеряется по рентгенограмме, снятой при направлении луча перпендикулярно к поверхности образца, а d_ψ - при направлении луча под углом ψ к нормали.

3. Для увеличения точности измерения напряжений I-рода применяют метод пяти наклонных съемок с $\psi=0; \pm 30$ и $\pm 45^\circ$.

Расчет проводится путем экстраполяции по соотношению:

$$\operatorname{cosec} \theta = \{[\sigma(1+\mu) \sin^2 \psi] E \sin \theta_z\} + 1/\sin \theta_z, \quad (5)$$

где θ_z - определяется для перпендикулярной съемки, θ - для наклонной.

4. Раздельное определение главных напряжений проводится путем съемки трех рентгенограмм: одной с напряженного образца под постоянным углом ψ к нормали и двух с ненапряженного при наклонах плоскости образца φ и $\varphi + 90^\circ$. Расчет проводится по формулам:

$$\sigma_1 = K+L, \quad \sigma_2 = K-L, \quad (6)$$

где $K = 1/2 [(d_{\psi} + d_{\psi'} - 2d_0)/d_0] [E/(1+\mu)\sin^2\psi - 2\nu]$;

$L = (d_{\psi} - d_{\psi'})/d_0 [E/(1+\mu)\sin^2\psi]$;

d_{ψ} - межплоскостное расстояние для углов съемки ψ к нормали и наклона образца φ , $d_{\psi'}$ - соответственно для ψ и $\varphi+90^\circ$.

5. При неизвестных величинах и направлениях главных напряжений в поверхностном слое проводит съемку под углами φ , $\varphi+60^\circ$ и $\varphi-60^\circ$. Расчет напряжений проводят по соотношениям:

$$\sigma_1 = 1/3[M+N], \quad \sigma_2 = 1/3[M-N], \quad \operatorname{tg}2\varphi = \sqrt{3}[\sigma_{\varphi-60} - \sigma_{\varphi+60}]/(3\sigma_{\varphi} - M), \quad (7)$$

где $M = \sigma_{\varphi} + \sigma_{\varphi+60} + \sigma_{\varphi-60}$; $N = \sqrt{(3\sigma_{\varphi} - M)^2 + 3[\sigma_{\varphi-60} - \sigma_{\varphi+60}]^2}$.

Определение микронапряжений (II - рода) и размеров областей когерентного рассеяния

Микронапряжения могут возникать:

1. При пластической деформации поликристаллического образца из-за упругой и пластической анизотропии кристаллов;

2. При неоднородном нагреве или охлаждении тела - появляющиеся при этом растягивающие и сжимающие напряжения могут привести к пластическим сдвигам, в результате которых возникают остаточные микронапряжения; величина микронапряжений будет больше в многофазном образце, если фазы имеют различные коэффициенты теплового расширения;

3. В процессе распада пересыщенного твердого раствора (старения) (на границах областей выделившейся фазы и матрицы создаются микронапряжения, связанные с сопряжением решеток).

4. При локальных структурных или химических превращениях (изменение удельного объема какого-то слоя по отношению к основной массе также приводит к появлению микронапряжений).

Микронапряжения кристаллитов приводят к уширению интерференционных линий на рентгенограммах, которое можно характеризовать величиной $\Delta d/d$, где Δd - максимальное отклонение межплоскостного расстояния для данной интерференционной линии от среднего значения d . Так как $\Delta d/d = -\operatorname{ctg} \theta \Delta\theta$, то эффект размытия линий, обусловленный микроискажениями, растет с увеличением угла θ . Поэтому обычно применяется метод обратной съемки. При

использовании дифрактометра регистрируют интерференционные линии с максимальным углом θ .

Область когерентного рассеяния (ОКР) – это минимальный размер частицы вещества, имеющей правильное кристаллическое строение, на которой рентгеновские лучи рассеиваются когерентно, то есть с постоянной разностью фаз. Частицы и области когерентного рассеяния размером меньшим $1 \cdot 10^{-5}$ см $\div 1,5 \cdot 10^{-5}$ см вызывают эффект размытия линий на рентгенограмме. Рентгенографические методы определения дисперсности (размеров ОКР) также основаны на анализе ширины дифракционных линий [3-6]. Известно [1, 3], что ширина максимумов интерференционной функции Лауэ в обратном пространстве (то есть ширина пиков на дифрактограмме) обратно пропорциональна количеству рассеивающих центров (атомов, плоскостей) вдоль данного направления.

Ширина дифракционного максимума определяется на половине его высоты, или *интегральная ширина* «В» определяется по формуле:

$$B = \frac{\int_{\theta_0 - \Delta\theta}^{\theta_0 + \Delta\theta} h(x) dx}{I_{\max}}, \quad (8)$$

где $h(x)$ - кривая распределения интенсивности в области углов от $\theta_0 - \Delta\theta$ до $\theta_0 + \Delta\theta$, θ_0 - положение максимума, I_{\max} - максимальная высота пика при θ_0 .

Нужно иметь в виду, что ширина каждой экспериментальной линии В состоит из двух частей: инструментальной ширины b (ширина линии эталона), зависящей от геометрии съёмки, расходимости пучка, размера фокуса трубки и т.д., и физического уширения β , определяемого факторами несовершенства структуры (дисперсностью, микроискажениями, дефектами упаковки и т. д.).

Эти величины не просто арифметически складываются, а каждый элемент инструментальной линии испытывает физическое уширение, что можно выразить уравнением типа свертки:

$$h(y) = \int f(y-x)g(x)dx, \quad (9)$$

где: $h(y)$ - результирующая интенсивность в точке y , $f(y-x)$ - кривая распределения физического уширения инструментальной линии (линии эталона), $g(x)$ - интенсивность инструментальной линии в точке x , где x - текущая координата (рис. 2). В качестве эталона выбирают хорошо окристаллизованное высокосимметричное вещество, заведомо не имеющее каких-либо искажений и дефектов структуры, или исследуемое вещество, отожденное при температуре рекристаллизации и снятия напряжений

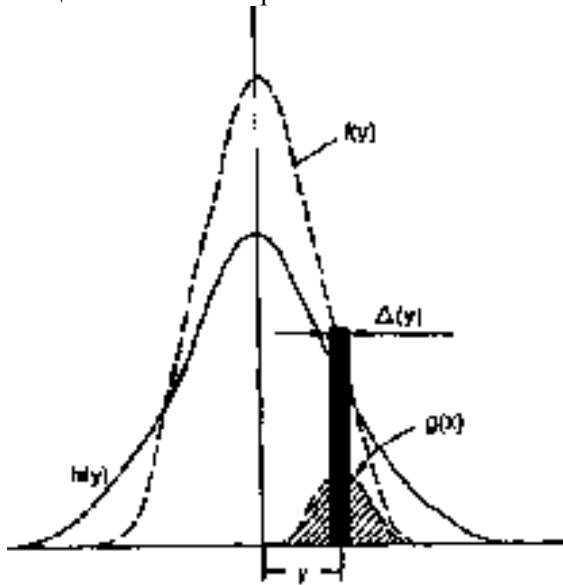


Рис. 2. Схема формирования уширенной дифракционной линии

В зависимости от вида функций, описывающих эти кривые, будет по-разному выражаться и связь между ширинами линий B , b и β , из которых первые две величины определяются экспериментально. А физическое уширение определяют из формул, связывающих эти три величины, и β зависит от способа описания профилей дифракционных линий на экспериментальной и инструментальной

кривой интенсивности.

При экспрессном определении физического уширения пользуются аппроксимирующими функциями, которые хорошо себя зарекомендовали во многих работах, такими как функции Гаусса, Коши, Лорентца и др., которые часто используют для описания профилей различных спектральных линий. Так, если экспериментальная кривая $h(x)$ и эталонная $f(x)$ описываются соответственно функциями

$$\text{Коши } f(x) = \frac{1}{1 + k_1^2 x^2}; \quad g(x) = \frac{1}{1 + k_2^2 y^2}, \text{ то в этом случае физическое уширение будет равно } \beta = B - b.$$

$$\text{Если } f(x) = \frac{1}{(1 + k_1^2 x^2)^2}, \quad g(y) = \frac{1}{(1 + k_1^2 y^2)^2}, \text{ то в этом случае}$$

$$\text{физическое уширение } \beta = \frac{B}{2} \left(1 - \frac{b}{B} + \sqrt{1 - \frac{b}{B}} \right).$$

Если экспериментальная и эталонная кривые описываются

$$\text{кривыми Гаусса } f(x) = e^{-k_1^2 x^2}, \quad g(y) = e^{-k_1^2 y^2}, \text{ то } \beta^2 = B^2 - b^2.$$

Пригодность той или иной аппроксимирующей функции можно проверить, если построить график $I(x)$ в координатах, спрямляющих аппроксимирующие функции. Например, функция Гаусса $y = e^{-\alpha x^2}$ изобразится прямой в координатах $\ln y = f(x^2)$ и т. д. Но более точным способом является подбор аппроксимирующих функций по соответствующим программам. Например, для описания профиля дифракционных линий может быть выбрана функция Пирсона, профильные параметры которой подбираются уточнением методом наименьших квадратов до наилучшего соответствия с экспериментальной кривой, что оценивается фактором расходимости R . Функция Пирсона замечательна тем, что она включает в себя, как частные случаи, эмпирически найденные функции для описания профилей дифракционных линий по Коши, Гауссу или Лорентцу. Методом, не требующим произвольного выбора аппроксимирующих функций и основанном на анализе формы экспериментально измеренных ли-

ний, является метод гармонического анализа /1,3/, который достаточно трудоемок и не может быть отнесен к простым.

Следует учитывать также, что обычно используемое для исследований K_{α} излучение не является строго монохроматичным, а состоит из двух компонент K_{α_1} и K_{α_2} . Поэтому ширина линии на рентгенограмме B является результирующей шириной линий K_{α_1} и K_{α_2} . Для проведения исследований тонкой кристаллической структуры необходимо ввести поправку на дублетное строение K_{α} - линии. Для этого следует рассчитать междублетное расстояние по формуле $\delta = (\lambda_2 - \lambda_1) / \lambda_1 \cdot \text{tg} \theta$ и воспользоваться поправочным графиком (рис. 3), где B' - экспериментальная ширина линии, а B - исправленная на немонохроматичность.

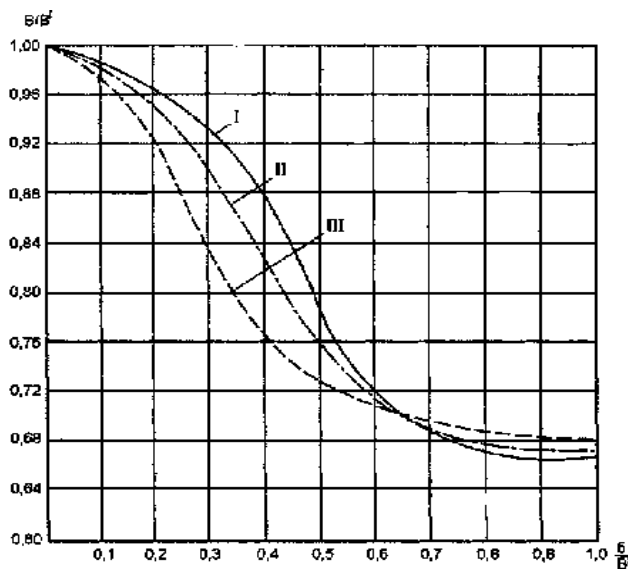


Рис. 3. График поправок на $\alpha_1 - \alpha_2$ дублет: I - для аппроксимации функцией

$$e^{-\alpha x^2}; \text{ II} - 1/(1+\alpha x^2)^2; \text{ III} - 1/(1+\alpha x^2)$$

Найденное таким образом физическое уширение β может быть использовано для определения размеров ОКР в направлении,

перпендикулярном отражающей плоскости с индексами hkl:

$$D_{hkl} = n\lambda / \beta \cdot \cos\theta, \quad (10)$$

где: D-размер ОКР в ангстремах,

λ -длина волны излучения,

θ - угол рассеяния,

β - физическое уширение линии на дифрактограмме в радианах (в шкале 2θ),

N - коэффициент, зависящий от формы частицы и близкий к 1.

Эта формула была выведена в 1918 году Шеррером и независимо в 1923 году Селяковым и называется формулой Шеррера-Селякова.

Практически определить размеры ОКР по этой формуле можно в пределах от $\sim 1500-2000 \text{ \AA}$ до $15-20 \text{ \AA}$, причем в различных кристаллографических направлениях (используя линии с разными индексами). Однако, метод этот достаточно приближенный с точностью до аппроксимационных функций.

Так, на рис. 4 представлены зависимости β/V от b/V для разных видов аппроксимационных функций. Кривая по Гауссу дает точки, лежащие на окружность (кр. I), по Коши - на прямую (кр. II), а все остальные комбинации будут лежать между этими кривыми. При этом значения D могут отличаться в 1.5-2 раза.

Поэтому правильнее оценивать лишь относительные изменения дисперсности в зависимости от какого-либо фактора, чем абсолютные величины и, тем более, не искать абсолютного совпадения оценок дисперсности разными физическими методами, так как они заведомо должны различаться в силу особенностей характера усреднения в разных методах, что часто не учитывается. Также отдельный кристаллит, наблюдаемый в электронном микроскопе, может по размерам совпадать с размером ОКР (то есть представлять собой монокристалл), но может состоять из нескольких ОКР, развернутых друг относительно друга и разделенных границами раздела. Тогда размеры частиц, определенные этими методами, будут также существенно различаться.

Кроме того, уширение дифракционных максимумов может быть обусловлено микроискажениями в кристаллах, как было пока-

зано выше.

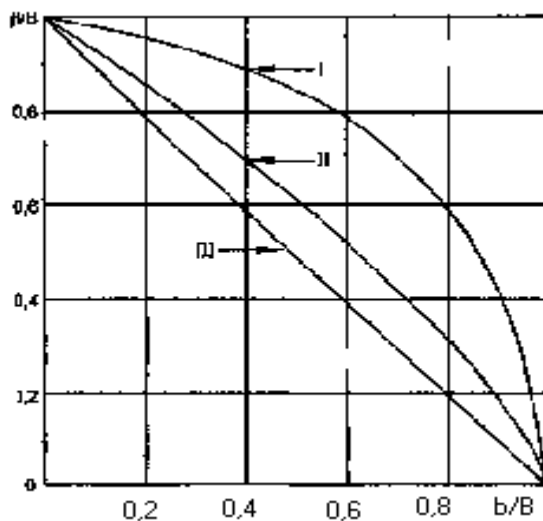


Рис.4. График поправок на геометрическое уширение линий в зависимости от аппроксимации функциями I, II, III (см.рис.3), где: V - экспериментальная ширина линии; b - ширина линии эталона; β - физическое уширение линии

При наличии микроискажений каждая система атомных плоскостей с одинаковыми индексами (hkl) имеет вместо своего определенного межплоскостного расстояния межплоскостные расстояния, лежащие в пределах $d \pm \Delta d$. Величину микроискажений оценивают по величине $\Delta d_{\max}/d$ и, соответственно, величину микронапряжений ϵ - по величине $E \Delta d_{\max}/d$, где E - модуль Юнга в том же направлении $[hkl]$. Соответственно, значениям $d \pm \Delta d_{\max}$, углы θ для каждой из систем атомных плоскостей будут лежать в интервалах значений $\theta \pm \Delta \theta_{\max}$, что приводит также к уширению линий на рентгенограммах и тем большому, чем больше будут максимальные значения Δd и $\Delta \theta$.

Если из условий эксперимента можно заведомо вывести заключение о том, что истинное физическое уширение линии (hkl) вызвано или исключительно микронапряжениями, или только измельчением кристаллитов, то величина искажений решетки так же, как и

размер кристаллита в направлении, нормальном к плоскости (hkl), могут быть вычислены по простым формулам:

-для средней величины микроискажений

$$\langle \Delta d/d \rangle = \beta / 4 \operatorname{tg} \theta_{hkl} \quad (11)$$

-для средней величины ОКР

$$D_{hkl} = \frac{n\lambda}{\beta \cdot \cos \theta_{hkl}} \quad (12)$$

Зная истинные физические уширения β_1 и β_2 двух порядков отражения от одной и той же системы плоскостей (hkl), можно провести качественную оценку доли влияния факторов размера частиц и микронапряжений.

Если уширение вызвано только микроискажениями, то следует, что:

$$\frac{\beta_2}{\beta_1} = \frac{\operatorname{tg} \theta_2}{\operatorname{tg} \theta_1},$$

т.е. уширение пропорционально $\operatorname{tg} \theta$. Если в образце нет искажений и всё уширение вызвано только мелким размером частиц, то тогда следует, что:

$$\frac{\beta_2}{\beta_1} = \frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2},$$

т.е. уширение обратно пропорционально $\cos \theta$.

Если же уширение вызвано обоими этими факторами, то отношение истинных физических уширений находится между отношением косинусов и тангенсов

$$\frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2} \left\langle \frac{\beta_2}{\beta_1} \right\rangle \left\langle \frac{\operatorname{tg} \theta_2}{\operatorname{tg} \theta_1} \right\rangle. \quad (13)$$

В этом случае для разделения эффектов дисперсности и мик-

роискажений нужно воспользоваться двумя порядками отражения от одной системы плоскостей и воспользоваться различной зависимостью дисперсности и микроискажений от $\sin\theta/\lambda$. Например, если считать, что уширение за счет дисперсности и за счет микроискажений описывается функцией Коши, то можно построить зависимость для разных порядков отражения в виде:

$$\beta\cos\theta = \lambda/D + 4(\Delta d/d)\cdot\sin\theta \quad (14)$$

Это есть уравнение прямой, где отрезок, отсекаемый по оси ординат, даст величину λ/D , откуда находим размер ОКР, а из наклона прямой определяем $\Delta d/d$.

Если обе функции имеют вид $e^{-\alpha x^2}$, то можно построить аналогичную зависимость для двух порядков отражения в виде:

$$(\beta\cos\theta)^2 = (\lambda/D)^2 + 4\frac{\Delta d}{d}\sin\theta^2 \quad (15)$$

Таким образом, если для исследуемого объекта аппроксимирующие функции известны, то истинное физическое уширение определяют следующим образом. Снимают рентгенограмму для исследуемого объекта и эталона в одинаковых условиях. В качестве эталона для нахождения инструментального уширения используют образец, с заведомо крупными ОКР ($\sim 3000-5000 \text{ \AA}$) и без нарушений кристаллического строения. Определив площади под дифракционными кривыми интенсивности и их высоты и поделив площади на соответствующие высоты, получают экспериментальные общие уширения линий рабочего образца B и эталона b .

Уширения выражают в долях градусов 2θ и в радианах. Затем, если требуется, вводится поправка на немонохроматичность излучения для ширины линий рабочего образца и эталона, и находится значение истинного физического уширения. Далее, нужно проанализировать, чем обусловлено уширение линий (дисперсностью или микроискажениями) и либо по формуле Шеррера-Селякова находят размер ОКР в определенном направлении $[hkl]$, либо нахо-

дят размер ОКР и величину микроискажений.

Нужно учитывать, что полученные аппроксимационным методом абсолютные величины ОКР могут быть определены с точностью до аппроксимационной функции, то есть зависят от вида аппроксимирующей функции и могут различаться в 1.5-2 раза.

Относительные измерения ОКР в зависимости от какого-либо фактора и измеренные одинаковым способом могут быть оценены достаточно точно с погрешностью не более 5-10% от определяемых величин.

Более точные данные о размерах ОКР, об их распределении по размерам и о микроискажениях могут быть получены методом гармонического анализа дифракционных линий или при уточнении реальной структуры по полному профилю рентгенограммы.

Сравнительная характеристика размеров ОКР почти всегда сопровождается изучением фазового состава, так как дает информацию о причинах изменения поверхности в результате термических превращений или воздействий реакционной среды.

Определение статических искажений (III – рода)

Статические искажения связаны с отклонением атомов из положений равновесия, определяемых узлами решетки. Эти искажения охватывают группы, участвующих в создании нарушений структуры. Статические напряжения возникают при наличии в кристаллах различного рода дефектов (дислокаций, атомов внедрения, вакансий). Статические искажения могут также возникать в твердых растворах типа замещения при различии атомных радиусов растворяемого металла и металла-растворителя.

Статические искажения, вызванные смещением атомов из их нормальных положений, должны давать такой же эффект, как и смещение атомов при тепловых колебаниях (последние называют динамическими искажениями).

Ослабление интерференционных линий вследствие тепловых колебаний характеризуется температурным множителем:

$$I_T/I_{T=0} = e^{-2M}, \quad (16)$$

где, для кубической решетки: $M = (8/3)\pi^2 U_d^2 (\sin\theta/\lambda)^2$;

U_d^2 - средние квадратичные (динамические) смещения атомов из нормальных положений при тепловых колебаниях.

Аналогично для статических искажений:

$$M = (8/3) \pi^2 U_d^2 (\sin\theta/\lambda)^2, \quad (17)$$

где U_d^2 - среднее квадратичное смещение атомов при статических искажениях.

Статические искажения не могут существовать в чистом виде, без динамических искажений, поэтому на интенсивность линий рентгенограммы влияют оба фактора. По уменьшению интенсивности можно оценить величину искажения.

Простейшим способом оценки искажений является измерение отношения интенсивностей линии и фона на рентгенограммах образцов с искаженной и неискаженной решетками.

Уменьшение соотношения $I_{hkl}/I_{фон}$ соответствует увеличению искажений решетки.

Другим методом оценки искажений является измерение отношений интенсивностей двух линий на рентгенограмме одного и того же образца в деформированном и недеформированном состоянии или линий образца и эталона. Величина смещения атомов из равновесного положения в решетке может быть вычислена по соотношению:

$$U_{ст}^2 = 3a^2 \ln[(I_1/I_2)_{деф}/(I_1/I_2)_{недеф}] / 4\pi^2 [(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2) - (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)] \quad (18)$$

При необходимости более точного измерения проводят разделение влияния статической и динамической составляющих смещений атомов.

При этом измеряют отношение интенсивностей одних и тех же линий на рентгенограммах образцов с неискаженной решеткой, где смещения атомов обусловлены только динамическими (тепловыми) искажениями, и образцов с кристаллической решеткой искаженной вследствие образования твердого раствора, пластической деформации и т.д., где смещения атомов связаны как с динамическими, так и с устойчивыми статическими искажениями.

Порядок выполнения работы

1. С помощью преподавателя получить дифрактограмму от кристаллов недеформированного и деформированного (облученного мощным ионным пучком).

2. По полученным дифрактограммам рассчитать по формуле Вульфа-Брэгга межплоскостные расстояния и оценить по формуле (2) напряжения I-рода (значения E и μ для исследуемых материалов взять у преподавателя).

3. Рассчитать размер ОКР и величину микроискажений, предварительно проанализировав по формуле (6) чем обусловлено уширение линий (дисперсностью или микроискажениями). Результаты анализа позволяют выбрать необходимую формулу для расчета ОКР и ϵ .

4. Оценить статические искажения двумя способами:

а) измеряя отношение $I_{hkl}/I_{\text{фона}}$;

б) измеряя $I_{\text{деф.}}$ и $I_{\text{недеф.}}$ для одних и тех же линий.

5. Рассчитать по формуле (9) величину среднеквадратичных смещений.

6. Оценить погрешность полученных результатов.

Контрольные вопросы

1. Дать определение напряжениям I, II и III- рода.

2. К каким изменениям на рентгенограмме приводят напряжения разных типов?

3. Как рентгенографически определяют напряжения I-рода?

4. Что называется областью когерентного рассеяния?

5. Что лежит в основе методов определения микронапряжений и ОКР?

6. С чем связаны статические искажения кристаллической решетки?

7. Как можно оценить напряжения III-рода?

Лабораторная работа №2
ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦА
ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ С ПОМОЩЬЮ
СВЕТОВОГО МИКРОСКОПА

2.1 Цель работы

1. Освоить основные методы подготовки образцов для исследования микроструктуры на световом микроскопе.
2. Ознакомиться с методами выявления микроструктуры.

2.2 Основные теоретические сведения

Образец для микроскопического исследования структуры металла называют **микрошлифом**. Поскольку микроструктуру металла изучают в отраженном свете, поверхность микрошлифа должна удовлетворять двум требованиям:

- 1) она должна иметь максимальную отражающую способность;
- 2) разные участки поверхности должны по-разному отражать свет, чтобы различить элементы микроструктуры.

Первое достигается путем получения плоской и гладкой поверхности, второе – либо благодаря неодинаковому отражению света (поляризованного или неполяризованного, моно- или полихроматического) от плоской поверхности, либо вследствие образования рельефа на поверхности путем травления, либо, наконец, из-за создания на поверхности пленок толщина и, следовательно, окраска которых зависят от природы либо ориентировки кристаллитов, на которых они возникли.

Микрошлиф должен иметь микроструктуру, характерную для всего изучаемого изделия или его части, Поэтому имеет значение, во-первых, выбор участка изделия, из которого вырезают образец, и, во-вторых, выбор расположения исследуемой поверхности на образце. Например, микроструктуру прокатанной полосы обычно изучают на ее продольном сечении.

Поскольку микроструктура в разных участках полосы может быть неодинаковой, образцы для изготовления микрошлифов выре-

зают из центра и у кромок полосы, а также в нескольких местах по ее длине.

Площадь поверхности микрошлифа обычно составляет около 1 см^2 , высота образца для удобства обращения с ним должна быть не менее 10 мм. Для изготовления шлифов на образцах меньших размеров (лента, проволока и т.д.) их после вырезки помещают в цилиндрическую обойму или заливают пластмассой. В некоторых случаях для закрепления мелких образцов применяют металлические винтовые зажимы.

2.2.1 Подготовка плоской поверхности

Подготовка плоской поверхности микрошлифа включает:

- 1) вырезку и выравнивание поверхности;
- 2) шлифование;
- 3) полирование.

Все перечисленные операции должны проводиться таким образом, чтобы они не изменили микроструктуру металла. В этом отношении особенно ответственны первая и вторая операции, которые не должны сопровождаться деформацией поверхностных слоев (толщина деформированного слоя может в 3–10 раз превышать размер зерна абразива) и нагревом образца. Поверхность подготовленного шлифа должна быть зеркально гладкой, плоской по всей его площади, не иметь царапин, ямок и загрязнений.

Вырезку образца для изготовления микрошлифа обычно проводят абразивными кругами, выравнивание поверхности – на токарных, фрезерных или шлифовальных станках либо опиливанием. На этой стадии подготовки образца необходимо свести к минимуму деформацию поверхности и нагрев образца, что достигается надлежащим выбором инструмента и режима обработки, а также интенсивным охлаждением обрабатываемой поверхности и инструмента.

Шлифование проводят с целью уменьшения неровностей на поверхности образца. При этом используют шлифовальную шкурку различных номеров, которые обозначают размер зерен абразивного порошка, прикрепленного к бумажной основе шкурки. Абразивом могут быть электрокорунд, карбид кремния и другие твердые вещества; размер зерен абразива на различных номерах шкурки может

составлять от 250 до 4 мкм. При шлифовании вручную шкурку помещают на стекло, образец прижимают обрабатываемой поверхностью к шкурке и перемещают возвратно-поступательными движениями. Шлифование можно проводить также на станке с горизонтально расположенным вращающимся кругом, на котором закрепляют шкурку. Образец прижимают к кругу вручную или фиксируют в специальном приспособлении. Перед шлифованием обрабатываемую поверхность очищают от частиц металла и абразива.

Движение образца при шлифовании вручную производят под углом 90° к направлению царапин от предшествовавшей обработки. Шлифуют до тех пор, пока полностью не исчезнут все следы царапин от предыдущей операции. Затем образец вновь очищают от налипшей наждачной пыли и переходят к шлифованию шкуркой с более мелким абразивом. Обычно оказывается достаточным использовать шлифовальные шкурки 4–5. После завершения шлифования образец тщательно промывают под струей воды.

Полирование служит для дальнейшего уменьшения неровностей на плоской поверхности образца, Полирование заканчивают, когда на поверхности исчезнут всякие риски, а сама поверхность станет зеркально гладкой. Полирование проводят механическим, электролитическим либо химическим методами.

Для механического полирования используют станок с вращающимся кругом, который обтянут тканью (фетром, сукном, драпом и др.). В качестве абразива чаще всего применяют тонкоизмельченный оксид хрома, который в виде взвеси в воде наносят на поверхность круга во время его вращения. Образец шлифованной поверхностью слегка прижимают к поверхности круга.

Во время полировки образец перемещают от периферии к центру круга (чтобы обеспечить равномерное распределение абразива) и периодически поворачивают (чтобы исключить образование «хвостов» около включений на поверхности образца).

Для получения хороших результатов при полировании необходимо, чтобы образец и руки оператора были очищены от шлифовального абразива. Круг во время полирования должен быть влажным. Механическое полирование можно производить также с помощью алмазных паст, в которых размеры зерен абразива могут дохо-

дить до 1 мкм. Пасту наносят на ватман тонким слоем, и полирование проводят так же, как и шлифование образца.

В способе электролитического полирования используют эффект растворения анода. На поверхности образца-анода при пропускании тока через электролит происходит растворение и выравнивание выступов. По-видимому, это – результат образования у поверхности образца вязкого слоя, состоящего из продуктов реакции металла и электролита. Толщина слоя над выступами и, следовательно, его электросопротивление в этих местах меньше, чем над впадинами.

Поэтому во время электролитического полирования происходит преимущественное растворение выступов, и поверхность микрошлифа становится гладкой. Качество полирования зависит от исходного состояния поверхности образца, расстояния между образцом и катодом, плотности тока, температуры (вязкости) и перемешивания электролита.

Преимущество электролитического полирования перед механическим состоит в том, что электролитическое полирование удаляет деформированный слой, образовавшийся на поверхности образца при шлифовании, тогда как при механическом полировании этого не происходит. Поэтому при изготовлении образцов из мягких материалов электрополирование оказывается практически незаменимым.

Недостатки электрополирования – ускоренное растворение металла вблизи неметаллических включений (это приводит к образованию ямок и выкрашиванию включений) и возникновению «завала» (скругления) кромок образца.

В некоторых реактивах взаимодействие с неровной поверхностью образца дает эффект выглаживания поверхности и в отсутствие тока. Такое полирование называется химическим. После полирования шлиф промывают в воде либо, если металл окисляется, – в этиловом спирте и просушивают фильтровальной бумагой.

2.2.2 Выявление микроструктуры. Выявление микроструктуры в большинстве случаев сводится к созданию на полированной поверхности неглубокого рельефа, в котором конфигурация неровностей повторяет расположение и очертания отдельных кристаллитов. Иногда такой рельеф создается при полировании образца. Например, на поверхности шлифа, полированного механическим спо-

собом, твердые кристаллиты несколько выступают, а мягкие – углублены. Во всех остальных случаях рельеф создают с помощью травления. Обычно используют химическое, электролитическое и термическое травление.

При химическом или электролитическом травлении, во-первых, образуются канавки на границах между зёрнами и, во-вторых, создается неодинаковая шероховатость поверхности зёрен разных фаз или даже одной фазы (последнее имеет место в том случае, если у разных зёрен одной и той же фазы с плоскостью шлифа совпадают разные плоскости кристаллической решетки). Канавки на границах образуются из-за того, что атомы в этих участках обладают повышенной энергией и поэтому легче вступают в химическую реакцию растворения.

Неодинаковая шероховатость на поверхности зёрен разных фаз или даже одной и той же фазы обусловлена той же причиной – неодинаковой химической активностью из-за различных свойств фаз или различающейся плотности упаковки атомов на разных плоскостях кристаллической решетки зёрен одной и той же фазы.

Поскольку атомы в сердцевине зёрен имеют меньшую энергию, чем на их границах, рельеф на поверхности менее глубок, чем на границах. При наблюдении в отраженном свете максимальный оптический контраст создается между участками рельефа разной глубины, т.е. между границами и телом зёрен. Контраст между разными зёрнами значительно слабее благодаря меньшему различию в глубине неровностей на их поверхности.

Контраст изображения структуры может быть усилен путем «окрашивания» зёрен в разные цвета. Это достигается путем создания на поверхности шлифа прозрачной оксидной пленки, толщина которой на разных зёрнах неодинакова. При наблюдении в белом свете участки пленки разной толщины окрашиваются в разные цвета благодаря эффекту интерференции.

Оксидные пленки получают путем нагрева полированного или слабо травленного шлифа в окислительной атмосфере. Для ряда сплавов подобраны реактивы, которые при взаимодействии с образцом создают на поверхности зёрен разных фаз окрашенные пленки из продуктов химической реакции. Термическое травление произво-

дят путем нагрева полированного шлифа в неокисляющей атмосфере, предпочтительно в вакууме. Создание рельефа на поверхности, в первую очередь канавок термического травления на границах зерен, – результат удаления атомов из тех участков поверхности шлифа, где они имеют повышенную энергию. Это происходит вследствие увеличенной подвижности атомов при высоких температурах (не менее $0,6T_{пл}$).

Перед выявлением структуры методом термического травления полирование шлифа следует производить электролитическим или химическим способом.

2.3 Порядок проведения работы

1. Изготовить микрошлиф углеродистой стали с использованием шлифования, механического полирования и химического травления в 3 %-ном растворе азотной кислоты в спирте; время травления 10–20 с. После травления шлиф следует промыть под струей воды и быстро высушить фильтровальной бумагой.

2. Изготовить микрошлиф легированной нержавеющей стали с использованием шлифования, электролитического полирования и электролитического травления.

Электролит – концентрированная азотная кислота.

Режим полирования: температура электролита 20–50°C, плотность тока 3–5А/см², время полировки 10–30с; режим травления: температура электролита 20–50°C плотность тока 0,1А/см², время травления 20–60с.

После травления шлиф промыть под струей воды и высушить фильтровальной бумагой.

3. Изучить под микроскопом поверхность каждого шлифа после окончания полирования и проведения травления, просмотрев образец в нескольких полях зрения при увеличении около $\times 100$.

На столик микроскопа ставить только сухие шлифы.

2.4 Содержание отчета

Отчет должен содержать следующие разделы:

1. Краткое введение.

2. Анализ полученных результатов (причины возникновения дефектов на полированной поверхности, причины выявления микро-структуры).

3. Выводы по работе (сравнение трудоемкости и качества полирования и травления использованными методами, анализ недостатков изготовленного шлифа).

4. Зарисовать и описать изображения поверхности образца после полировки и травления по приведенной схеме (таблица 2.1).

Таблица 2.1

Результаты изучения поверхности образцов

Материал	Схематическая зарисовка изображения	Стадия обработки с указанием режимов	Описание изображения

Контрольные вопросы

1. Как обеспечивается соответствие структуры шлифа и изделия?
2. Какие требования предъявляют к поверхности шлифа?
3. Из каких стадий состоит подготовка поверхности микрошлифа?
4. Какие требования предъявляют к режимам вырезки и шлифования образца для исследования микроструктуры?
5. Как проводят ручное шлифование образца для исследования микроструктуры?
6. Как проводят механическое полирование.
7. Почему поверхность образца при электролитическом полировании становится зеркально гладкой?
8. В чем преимущества и недостатки электролитического полирования по сравнению с механическим?
9. Какие дефекты недопустимы на полированной поверхности микрошлифа?
10. В каких случаях обязательно применять не механическое, а электролитическое или химическое полирование?

11. Можно ли (и в каких случаях) наблюдать микроструктуру на полированном микрошлифе?
12. Почему при травлении микрошлифа на границах зерен образуются канавки?
13. Почему зерна одной фазы после травления могут выглядеть темнее зерен другой фазы?
14. Почему неодинаково могут травиться разные зерна одной и той же фазы?
15. Каковы возможные причины «окрашивания» зерен после операции выявления структуры?
16. Почему выявляется микроструктура образца после нагрева полированного шлифа в вакууме?

Библиографический список

1. *Уманский, Я.С.* Рентгенография металлов и полупроводников.- М.: Металлургия, 2009.
2. *Батаев, В.А.* Методы структурного анализа материалов и контроля качества деталей: учебное пособие / В.А. Батаев, А.А. Батаев, А.П. Алхимов - 2-е изд. – М.: Флинта: Наука, - 2007. – 224с.
3. *Солнцев, Ю.П.* Материаловедение / Ю.П. Солнцев, Е.И. Пряхин, Ф. Войткун. - СПб.: Химиздат, 2007.
4. Методы структурного анализа материалов и контроля качества деталей: учебно-методический комплекс /сост.: И.П. Добровольская, В.Н.Барсуков. - СПб.: Изд-во СЗТУ, 2007.- 79с.
5. Неразрушающий контроль металлов и изделий: Справочник / Под ред. Г.С. Самойловича. - М.: Машиностроение, 2006.
6. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ.- Пер. с англ. Т1 и Т2.- М.: Мир, 2004.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
Лабораторная работа №1.....	5
Лабораторная работа №2.....	22
Библиографический список.....	29

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И ПРОЦЕССОВ

*Методические указания к выполнению лабораторных работ
для студентов бакалавриата направления подготовки 22.03.01*

Составители: *Л.Г. Борисова*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой
материаловедения и технологии художественных изделий

Ответственный за выпуск *Л.Г. Борисова*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати Формат 60x84/16.
Бум. для копировальной техники. Отпечатано на ризографе. Усл. печ. л.
Усл.кр.-отт. Уч.-изд.л. Тираж экз. Заказ С

Санкт-Петербургский горный университет
РИЦ Санкт-Петербургского горного университета
Адрес университета и РИЦ: 199106 Санкт-Петербург, 21-я линия, 2