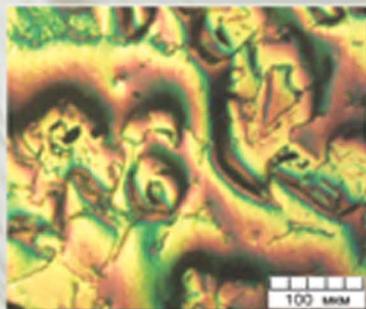




А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева

ПРАКТИКА МЕТАЛЛО- ГРАФИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ



НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ
Физико-технический институт

А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева

ПРАКТИКА МЕТАЛЛО- ГРАФИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ



Минск
«Беларуская навука»
2013

УДК 620.22:53.086

Анисович, А. Г. Практика металлографического исследования материалов / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева. – Минск: Беларус. навука, 2013. – 221 с. – ISBN 978-985-08-1603-0.

Монография посвящена вопросам применения металлографического микроскопа для анализа разнообразных металлических и неметаллических материалов. Рассмотрено использование различных способов освещения образцов при анализе в отраженном свете. Проанализированы некоторые часто встречающиеся практические задачи анализа материалов, а также типичные ошибки металлографического анализа и изготовления образцов.

Предназначена для материаловедов-практиков, интересующихся возможностями металлографических микроскопов и интерпретацией данных, полученных с их помощью, а также тех, кто осваивает анализ и исследование разнообразных материалов, аспирантов, студентов старших курсов.

Табл. 7. Ил. 420. Библиогр.: 56 назв.

А в т о р ы:

А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева

Р е ц е н з е н т ы:

академик НАН Беларуси, доктор технических наук,
профессор Е. И. Марукович,
доктор физико-математических наук, профессор В. М. Анищик

ISBN 978-985-08-1603-0

© Анисович А. Г., Румянцева И. Н., 2013
© Оформление. РУП «Издательский дом
«Беларуская навука», 2013

ПРЕДИСЛОВИЕ

В настоящее время существенно расширился спектр материаловедческих объектов вследствие появления новых по составу материалов, а также методов их получения и обработки. Теперь материаловеды анализируют широкие классы материалов: металлы, керамику, полимеры, стекла, сложные системы на их основе, порошки, минералы. Расширение спектра анализируемых объектов требует совершенствования существующих и создания новых методов их анализа.

На протяжении ряда лет авторы выполняли анализ различных материалов в соответствии с тематикой исследований, проводимых подразделениями Физико-технического института Национальной академии наук Беларуси. Такая работа позволила, с одной стороны, применить металлографические методы исследования к материалам, которые, казалось бы, затруднительно исследовать оптическими методами; с другой – показать, как выбор методики исследования материалов влияет на качество и адекватность результатов. Итогом такой работы явилось решение ряда исследовательских и практических задач.

В настоящее время ощущается недостаток публикаций, в которых рассматривались бы практические методы анализа структуры различных материалов. Мало также публикуется справочной литературы, в которой были бы представлены наряду с традиционными структуры новых и «нестандартных» материалов. Парадоксальным является тот факт, что основным методом материаловедческого исследования структуры до сих пор является метод простого сравнения исследуемого материала с известным ранее. Справочники и учебники по анализу структуры металлов и сплавов содержат набор наиболее характерных или эталонных структур, которыми пользуются как студенты, так и специалисты. Несмотря на то что человек использует материалы с доисторических времен (что позволяет считать материаловедение одной из древнейших разновидностей эмпирического знания), основные сведения о них получены опытным путем и эта ситуация до сих пор не изменилась. В настоящее время не существует возможности расчета свойств материалов на основании их состава и требуемой структуры, хотя такие попытки предпринимаются и в будущем, несомненно, увенчаются успехом. На данном же этапе развития исследователю (как начинающему, так и совершенствующемуся в своем разделе материаловедения) необходимо рассматривать структуры материалов,

запоминать, сопоставлять и уметь извлекать информацию из «картинки» с изображением структуры. Именно поэтому опыт в исследовании материалов столь медленно приобретает и столь ценен. Следовательно, для успешного решения задач по анализу материалов необходимо иметь справочную литературу, содержащую широкий набор изображений реальных структур.

Помимо этого существует проблема изготовления образцов для анализа, где можно совершить достаточно много ошибок, влияющих на результат. Это получается из-за того, что некоторые аспекты изготовления образцов и практические приемы анализа материалов передаются от поколения к поколению изустно и в печатных работах не всегда приводятся.

В связи с этим мы посчитали возможным написать данную книгу и поделиться опытом своей работы. Мы попробовали совместить квалификацию металловеда-практика и физика-исследователя, а также возможности ординарного металлографического микроскопа для решения ключевой задачи материаловедения: как получить адекватные изображения структур материалов, пригодные для дальнейшего анализа.

В предлагаемой работе описываются возможности исследования различных объектов (не только металлов) с помощью металлографического оборудования, а также некоторые конкретные практические задачи, которые могут быть решены металлографическими методами с применением различных схем освещения исследуемого объекта. Рассмотрены также некоторые ошибки изготовления образцов и анализа изображений структуры.

В книге использованы материалы как собственных исследований авторов, так и полученные в рамках выполнения работ для различных подразделений Физико-технического института НАН Беларуси.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время наука находится на том рубеже, когда все явления, лежащие на поверхности и доступные наблюдателю, не оснащенному исследовательским оборудованием, уже исследованы и описаны. Получение нового научного знания теперь возможно только путем углубления в предмет исследования, познания все более глубоких масштабных уровней исследуемого объекта. Поэтому возможность проведения научного исследования определяется наличием специального оборудования. Это относится непосредственно и к исследованию материалов, требования к которому в настоящее время отнюдь не ограничиваются рамками банального материаловедения – получением изображения структуры материала и ее качественным описанием. Современная материаловедческая графия сочетает в себе комплекс качественных и количественных методов анализа структуры, предполагающих использование современных микроскопов, средств компьютерной техники и математической обработки экспериментальных данных.

Результативность исследований материалов зависит в первую очередь от умения ученого детально проанализировать структуру, от возможности учесть все структурные эффекты, непосредственно влияющие на комплекс физико-механических свойств данного материала или изделия, а также отделить артефакты, внесенные в процессе изготовления образца. Поэтому важное значение имеет непосредственно методика получения изображений структуры, так как качество изображений определяет надежность последующей их интерпретации, а также возможность количественного анализа изображения. Наиболее важным условием при этом является вопрос квалификации исследователя. По сути говоря, это наиболее важное условие.

Огромную роль также играет оснащение металлографических микроскопов дополнительными узлами (поляризаторами, диафрагмами, различными цветными фильтрами и т. д.) для анализа различных деталей изображения и, как правило, дополняющих друг друга для получения адекватной картины структуры. Применение специальных методов и методик в настоящее время в Беларуси затрудняется отсутствием средств для обновления материально-технической базы научных исследований как в вузах и научно-исследовательских институтах, так и в заводских лабораториях и, в связи с этим, отсутствием иногда у специалистов сведений о возможностях металлографического оборудования.

Помимо этого, следует учесть также, что в современном металловедении уже не применяется способ фоторегистрации изображений. При фиксации структуры на фотопластинку или пленку всегда существовала проблема трудоемкости процесса получения фотографии, причем были они, как правило, в черно-белой цветовой гамме. Цветные изображения структуры получали только в особых случаях. Теперь компьютерная регистрация изображений предоставляет неограниченные возможности. Появилась возможность выделять специфические эффекты структур, в том числе по их контрасту и цвету.

В современной литературе, посвященной вопросам металлографии, очень мало публикаций, рассматривающих методы и методики современных металлографических исследований. Имеющаяся по данному направлению русскоязычная литература относится в основном к 60-м годам XX в., когда металлографические лаборатории были оснащены микроскопами марок «МИМ» и в лучшем случае микроскопами производства ГДР «Neophot». Учитывая то, что последние приобретались за рубежом, дополнительные узлы к ним (темное поле, поляризованный свет) приобретали не всегда в силу экономии валютных ресурсов. Следует отметить также, что анализ в темном поле и поляризованном свете применялся в основном в минералогии и кристаллографии [1], а также для анализа неметаллических включений в сталях [2]. В этих условиях старшее поколение металловедов было не избаловано многообразием технических средств анализа. Для ликвидации такой ситуации необходимы действия, направленные на широкое освещение возможностей современного металлографического оборудования.

За последние годы опубликовано достаточно много литературы по вопросам микроскопических исследований (например, книги серии «Мир материалов и технологий» [3–5]). Как правило, они освещают техническую сторону вопроса – принципы и конструкцию оборудования, а также некоторые вопросы оптики применительно к описываемым приборам. Подробное описание методов получения изображений структуры в таких работах не приводится.

Мероприятия по исследованию любых материалов предполагают решение двух основных вопросов: как получить изображение структуры материала? Как это изображение объяснить? И если первый вопрос является сугубо методическим, то ответ на второй вопрос дает ключ к пониманию реализующихся в материале процессов и задает направление дальнейших исследований и технологических возможностей. Естественно, что трактовка изображения структуры зависит от того, что удалось на этом изображении увидеть. Следовательно, возникает вопрос: адекватна ли получаемая «картинка» той структуре, которой обладает материал, и какие артефакты внесены нами в процессе пробоподготовки, фиксации и компьютерной обработки изображения?

Немаловажным является вопрос, с помощью какого оборудования изображение получать. Он поднят нами в силу того, что зачастую неправильный выбор прибора для анализа материалов ведет или к неправильной трактовке результатов, или же к отсутствию возможности любой трактовки по причине

неграмотности как оператора прибора, так и того, кто заказывает исследование. Особенно это проявляется применительно к сложному исследовательскому оборудованию, которое обслуживает зачастую не специалист-материаловед, а оператор, знающий прибор, но не владеющий навыками анализа в сфере материаловедения.

Трудности анализа материалов, как всегда, бывают объективными и субъективными. Объективные трудности связаны с собственно техническими проблемами, среди которых обеспечение соответствующей аппаратурой, методиками, материалами и т. д. Сюда же относятся и технические трудности (проблемы) изготовления образцов и наблюдения, т. е. получение изображения.

Анализ материалов усложнился за последние десятилетия, когда класс материалов как таковых существенно расширился. В настоящее время созданы и создаются материалы нового поколения на основе металлических, керамических и металлооксидных систем, обладающие уникальными свойствами. В основе технологий их получения лежат высокоинтенсивные воздействия, в частности лазерная и плазменная обработки, СВЧ-процесс, различные способы механической обработки поверхности, принципиально новые и модернизированные способы ХТО и т. д. Результатом применения высокоинтенсивных воздействий является формирование не только сложных многофазных композиций, но и слоистых и градиентных материалов, обладающих весьма сложной структурой. Помимо этого, существует и развивается широчайший класс композиционных материалов. Эти материалы в настоящее время весьма разнообразны по составу, свойствам и применению. Общим для множества современных сложных материалов является исходно заданная неоднородность их состава и структуры, проявляющаяся на различных масштабных уровнях. Естественно, это порождает проблемы в их изучении.

Для любых материалов начальным этапом исследовательской процедуры является пробоподготовка, которая представляет собой совокупность действий над изучаемым образцом, производимых в определенном порядке, для перевода его в форму, наиболее подходящую для дальнейшего исследования. Сейчас при подготовке образцов используется достаточно сложная и дорогая аппаратура. Тем не менее в данной работе мы не рассматриваем оборудование для пробоподготовки. По этому вопросу имеется достаточно информации как в печатных изданиях, так и в Интернете, и мы отсылаем читателя к этой информации.

Подготовка образцов в металлографии и их исследование включает следующие этапы: 1) вырезка образца для шлифа; 2) получение плоской поверхности; 3) шлифование; 4) полирование; 5) изучение поверхности шлифа до травления; 6) травление; 7) изучение структуры металла после травления; 8) фотографирование; 9) математическая обработка данных.

Заключительным этапом всей процедуры является трактовка результатов, т. е. описание того, что нам удалось установить в результате качественного и количественного анализа изображения. Поэтому ошибки и неточности, до-

пущенные на любом из описанных выше этапов, могут привести к ошибочным результатам. Ошибки и просчеты возможны в принципе на любом из этапов.

В качестве субъективного фактора в анализе материалов всегда выступает человеческий фактор. В некоторых кругах принято считать, что металловедение (материаловедение) не является наукой. Это тем более странно, что по меньшей мере все машиностроение использует достижения материаловедения (и металловедения) и без него существовать не может в принципе как в плане постановки технологического процесса, так и в плане контроля качества продукции. Поэтому авторы считают материаловедение важнейшей из наук. Просто эта часть научного знания сложна, и адекватное математическое описание для нее пока не создано.

По нашему опыту, специалисты технологического профиля (в области обработки давлением, литья, сварки и т. д., использующие металл в своей работе) также не обращают внимания на металловедение до того момента, пока не попадут в тупик по причине брака металлопродукции, ими используемой или производимой. Как правило, начало этому тупику бывает положено неграмотным приготовлением образцов для анализа, начиная с отрезки, которую нужно проводить определенным образом согласно поставленной задаче. Вторым этапом этого тупика является немедленное травление этого образца без консультации со специалистом-металловедом. При неправильном подборе травителя или долгом хранении протравленного шлифа успешно провести металлографический анализ, как правило, не удается.

Наша практика показала, что специалисты любого профиля, сколь бы хороши они ни были в своей сфере, не представляют себе аспектов металлографического анализа хотя бы на уровне грамотного пользователя до тех пор, пока не столкнутся с проблемой самостоятельно и не совершат в ней достаточно ошибок. Поэтому есть необходимость просто и наглядно описать задачи и ошибки анализа материалов.

Опыт практической работы убедил нас также в том, что получение изображения структуры всегда есть творчество. Специалист, выполняющий анализ стандартных однотипных материалов в заводских условиях, не имеет возможности заниматься творчеством или вообще о нем думать в силу недостатка времени. Задачи нестандартного характера с разнородными материалами, композициями, редкими или уникальными способами получения материалов, а также «нестандарт» с точки зрения природы материала и т. д. требуют нестандартного подхода, в том числе при их пробоподготовке и анализе. Как правило, об этом не пишут ни в статьях, ни в монографиях. Здесь имеет значение только уникальный личный опыт, передаваемый словами. Как сделать тот или иной шлиф, как его расположить, как залить, знает, как правило, специалист, непосредственно работающий с образцами много лет. Поэтому описание мелочей, которые при внимательном рассмотрении являются вовсе не мелочами, стоит провести внимательно и достаточно подробно.

Наше подразделение в этом отношении находится в уникальном положении: мы анализируем материалы, которыми занимается институт, а также нам попадает все то, с чем не справились вовне. Поэтому у нас собралась совершенно разнообразная информация как о материалах, так и о методиках подготовки образцов и анализа. И у нас есть необходимость проявлять «смекалку», иначе результативность нашей работы оставит желать лучшего.

Итак, мы здесь говорим о том, что, во-первых, не всегда оговаривается в специальной литературе относительно приготовления металлографических образцов, во-вторых, разбираем некоторые наиболее характерные ошибки пользователей, в-третьих, делимся опытом решения задач по анализу материалов, которые предлагались нам на протяжении последнего времени.

Мы используем термин «металлографический образец», имея в виду не материал (металл, сплав), а метод анализа – металлографический, который применен для исследования разнообразных материалов. Следовательно, в данной работе описывается анализ материалов в отраженном свете с применением оптического микроскопа, а также проводится его сравнение с некоторыми другими методами анализа структуры.

МЕТОДЫ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ

В соответствии с определением микроско́п (*греч.* *μικρός* — маленький и *σκοπέω* — смотрю) — это прибор, предназначенный для получения увеличенных изображений, а также измерения объектов или деталей структуры, не видимых или плохо видимых невооруженным глазом [6]. Получение изображений структуры материалов предполагает использование различных методов освещения объекта и выбор соответствующих увеличений.

Описание принципов действия микроскопов или перечисление их возможных модификаций не является нашей задачей. Мы описываем здесь некоторые принципиальные моменты только для того, чтобы было понятным изложение материала, исходя из того, что читатель знаком с общими принципами конструкции металлографических микроскопов, а также владеет основными сведениями из курса линейной оптики.

Общее увеличение оптических микроскопов до недавнего времени лежало в пределах 10–1500 [6]¹. Технически возможно реализовать в микроскопах общее увеличение, значительно превышающее 2000. Считалось, что это нецелесообразно, поскольку назначение микроскопа состоит в максимальном использовании его разрешающей способности, которая имеет предел, обусловленный волновыми свойствами света. Если длина волны излучения λ , то невозможно различить элементы объекта, разделенные расстояниями, намного меньшими, чем λ [6]. В литературе прошлых лет рассматриваются микроскопы, в которых использовалось увеличение до 1000, а большее увеличение создавалось иммерсионным методом. За последние десятилетия технические средства микроскопии продвинулись далеко вперед и в настоящее время вполне возможно получать достаточно четкие и контрастные изображения структуры при увеличении 2000 и более. Выбор оптимального увеличения при исследовании диктуется двумя конкурирующими соображениями:

- повышением увеличения для надежного анализа деталей структуры;
- снижением увеличения для получения адекватного результата с точки зрения статистики.

В соответствии со стандартами (оставшимися еще с советских времен), регламентирующими исследование структуры, такими увеличениями в основном являются 100 или 200. В частности, такое увеличение рекомендовано для

¹ Здесь и далее цифровое обозначение типа «увеличение 100» микроскопа при фотографировании. Масштаб структуры проставлен на фотографиях.

анализа неметаллических включений (ГОСТ 1778–70); графита серых чугунов (ГОСТ 3443–87); определения количества кислорода в меди (ГОСТ 13938.13–93) и многих других.

Анализ материалов, получаемых современными технологиями, уже невозможно проводить с увеличениями порядка 100 или даже 500. В настоящее время разработаны, например, разнообразные способы литья, позволяющие получать структуры различной морфологии и высокой дисперсности. Поэтому бывает затруднительно анализировать структуру при сравнении с эталонными шкалами при небольших увеличениях в силу несоответствия масштабного фактора.

Роль увеличения продемонстрирована на рис. 1.1, где показана структура чугуна СЧ25 при различных увеличениях [7]. Чугун получен методом непрерывно-циклического литья намораживанием [8], для которого характерна высокая скорость теплоотвода. Совершенно понятно, что увеличение 200 не позволяет получить подробного представления о структуре. В деталях структура видна при увеличении 2000. То же самое можно отнести и к структуре чугуна без травления, когда необходимо провести анализ графитной составляющей (рис. 1.2). Оптимальным увеличением следует признать 400. На рис. 1.3 представлена структура меди, полученной по методу непрерывного горизонтального литья [9,10]. Съемка произведена при увеличении 800 (рис. 1.3, а). Масштаб структуры соответствует увеличению 200 по эталону ГОСТ 13938.13-93 (рис. 1.3, б). Рисунок 1.4 иллюстрирует возможности увеличения 3000 для исследования структуры стали ШХ15. Для сравнения представлены структуры с увеличением 2000 и 160. Большое увеличение в данном случае – единственная возможность рассмотреть детали структуры.

1.1. Способы освещения поверхности образца

В основе принципа микроскопических исследований (в прикладном понимании, конечно) лежит ответ на вопросы: как взаимодействует видимый свет с поверхностью исследуемого материала? И как использовать это взаимодействие, как его зарегистрировать и как истолковать?

Структуру образца можно различить лишь тогда, когда разные его участки по-разному отражают, преломляют или пропускают свет. Эти свойства обуславливают разницу амплитуд и фаз световых волн, отразившихся от различных участков поверхности, от чего, в свою очередь, зависит контрастность изображения. Поэтому методы наблюдения в микроскопии выбираются (и обеспечиваются конструктивно) в зависимости от характера и свойств изучаемых объектов. Объекты исследования в материалографии зачастую являются настолько сложными в структурном отношении, что бывает трудно заранее определить, какая методика анализа (способ освещения) является оптимальной. Даже квалифицированный исследователь нередко вынужден пробовать вслепую различные способы освещения и фильтры для получения наилучше-

го изображения структуры. Поэтому важно показать видоизменение изображения структуры материала при использовании светлого поля, темного поля, поляризованного света, чтобы продемонстрировать возможности анализа.

В общем, исходя из нашего опыта применения различных методик, наиболее информативными в исследовании материалов являются методы темного и светлого поля. Методы анализа на основе поляризованного света применяются несколько реже, но и им находится достойное место.

1.1.1. Освещение по методу светлого и темного поля

В микроскопии отраженного света изначально был предусмотрен параллельный ход лучей [11]. Метод светлого поля является основным в металлографии и применяется для наблюдения непрозрачных объектов, отражающих свет. При исследовании методом светлого поля объект освещается конусом лучей, прошедших через объектив микроскопа. При этом в формировании изображения участвует весь конус света. Превалирующими являются центральные лучи конуса, параллельные оси объектива, которые, в сущности, определяют характер освещения объекта.

При наблюдении по методу темного поля в отраженном свете поверхность освещают через специальную кольцевую систему, расположенную вокруг объектива и называемую эпи-конденсором [11]. Фактически принцип темного поля заключается в блокировке центрального пучка лучей специальной диафрагмой. Образец освещается полым конусом света, и в формировании изображения участвуют только лучи, ориентированные наклонно к поверхности образца. Темнопольное освещение позволяет расширить возможности металлографического микроскопа в исследовании неплоскостных объектов.

На рис. 1.5 показаны схемы освещения при использовании светлого и темного поля. При светлопольном варианте на поверхности образца видно светлое пятно; при темнопольном освещении центр затемнен. Реальные изображения светового пятна на белой бумаге при обоих способах освещения приведены на рис. 1.6. Для большей наглядности поверхность бумаги находится ниже фокуса.

На рис. 1.7 приведена схема отражения света от поверхности металлографического шлифа при светлопольном освещении. В случае ровной полированной поверхности свет отражается и попадает в объектив (1). После травления на микроструктуру за счет формирования канавок в месте стыка соседних зерен отражение происходит от криволинейной поверхности, отраженный свет не попадает в объектив (2) и граница зерна видна как темная линия. Если травление отсутствует или данная граница не вытравилась по каким-либо причинам (3), то свет отражается поверхностью аналогично варианту (1) и граница зерна не видна.

При темнопольном методе освещения формирование изображения поверхности образца происходит согласно схеме на рис. 1.8. Ровный участок поверх-

ности (*1*) окажется неосвещенным, так как отраженный свет не попадет в объектив микроскопа; тело зерна будет темным. Наклонный участок, в частности, вытравившаяся граница зерна, окажется в отражающем положении и будет виден как светлая полоса на темном фоне (*2*). На участке (*3*) изображение поверхности также будет темным.

Сравнение светлопольного и темнопольного изображения зеренной структуры после металлографического травления приведено на рис. 1.9. На светлопольном изображении (рис. 1.9, *а*) хорошо протравленные границы зерен выглядят темными на светлом фоне (рис. 1.7, вариант 2). Тело зерна освещено максимально (рис. 1.7, вариант 1). Слабо протравившиеся границы (рис. 1.7, вариант 3) отмечены стрелками. Изображение, сформированное при освещении по методу темного поля (рис. 1.9, *б*), в данном случае воспринимается как негативное по отношению к изображению на рис. 1.9, *а*. Тело зерна не освещено, границы «светятся» в соответствии с тем, насколько сильно они вытравились. Царапины и различные включения в светлом поле выглядят темными на фоне освещенного тела зерна (рис. 1.9, *а*). В темном поле (рис. 1.9, *б*) царапины и включения освещены.

На рис. 1.10 приведен пример литой металлической поверхности, которая частично шлифована. Поверхность *1*, сформированная при литье, имеет собственный волнообразный рельеф; поверхность *2* – плоская, сформированная шлифовкой. В светлом поле она выглядит светлой, следы шлифовки частично рассеивают свет (рис. 1.10, *а*) и выглядят темными полосами на светлом фоне. Поверхность литья *1* в светлом поле выглядит темной. При использовании темнопольного освещения картины освещенности поверхности взаимно обратны (рис. 1.10, *б*). Следует сделать оговорку, что не всегда при использовании темного поля в паре со светлым изображением будут антиподами. Соотношение вида таких изображений зависит от морфологии поверхности, дисперсности структуры, особенностей фазового состава.

Неровную поверхность в светлом поле можно практически не увидеть в связи с сильным рассеянием света. Такие примеры будут рассмотрены, в частности, при анализе поверхностей и изломов (см. гл. 5). Освещение в темном поле зрения дает исключительно контрастные изображения при большой разрешающей способности объектива и натуральный вид окрашенных объектов [2]. При фиксации изображения с помощью цифровой камеры следует учитывать цвет самого света, который освещает образец.

Метод косоугольного освещения является разновидностью светлопольного, отличаясь тем, что в создании изображения участвуют преимущественно косые лучи, не параллельные оптической оси системы. В ряде случаев это позволяет выявить «рельефность» объекта за счет образования теней. Косое освещение достигается обычно использованием призмы косоугольного освещения или смещением апертурной диафрагмы по отношению к оптической оси системы; при этом изменяется плоскость падения света на объект. Конкретный пример использования косоугольного освещения продемонстрирован на рис. 1.11. Линии скольжения *1*

и фазы 2, располагающиеся по границам зерен, наилучшим образом видны при использовании косого освещения.

1.1.2. Поляризованный свет

При перечисленных выше способах освещения применяется обыкновенный свет, в котором колебания совершаются во всех направлениях в плоскости, перпендикулярной направлению распространения света (рис. 1.12, *а*). Соответственно этому обыкновенный свет применяется в металлографии для исследования изотропных объектов или же в тех случаях (а их большинство), в которых данные об анизотропии не важны или не являются целью. Оптические же свойства анизотропных микрообъектов различны в разных направлениях и проявляются по-разному в зависимости от ориентации этих объектов относительно направления наблюдения и плоскости поляризации света, падающего на них, поэтому при их исследовании применяется поляризованный свет, обладающий свойством анизотропии.

В поляризованном свете имеют место колебания только в одном определенном направлении в плоскости, перпендикулярной направлению распространения света (рис. 1.12, *б*). Визуально различить обыкновенный и поляризованный свет невозможно. Получение и анализ поляризованного света основаны исключительно на его взаимодействии с веществом. Непременным условием при этом является анизотропия самого вещества.

В микроскопии для получения и анализа поляризованного света используют две призмы Николя (общепринятый термин – просто «николи»). Николи изготавливают из прозрачных кристаллов исландского шпата, обладающего свойством двойного лучепреломления. Поэтому николь пропускает колебания только одного направления. Схема получения поляризованного света представлена на рис. 1.13. Поскольку обыкновенный свет содержит колебания различных направлений, то николь *1* всегда пропустит какую-то часть из них в соответствии с направлением своей оптической оси. Если ориентации оптических осей николя 2 и николя *1* совпадают (николи параллельны, рис. 1.13, *а*), то николь 2 пропустит свет. Если ориентации оптических осей николей взаимно перпендикулярны (николи скрещены, рис. 1.13, *б*), то поверхность образца при этом будет восприниматься темной; николь 2 только пропускает эллиптически поляризованный свет. Подробно этот вопрос рассмотрен в работе [2].

Николь *1* называется поляризатором, николь 2 – анализатором.

Метод наблюдения в поляризованном свете (поляризационная микроскопия) служит как для микроскопических исследований минералов, биологических объектов, так и для анализа структуры металлов и неметаллических материалов.

Традиционно в металлографии поляризованный свет применяют для изучения неметаллических включений [2]. Поскольку определенная часть неметаллических включений оптически прозрачна, исследование основано на раз-

личии оптических свойств включений в различных направлениях, т. е. на их оптической анизотропии [13]. Оптическая анизотропия проявляется при прохождении света внутри включения и при отражении света от его поверхности. Плоская поверхность и прозрачное включение по-разному взаимодействуют со световым потоком. Плоско поляризованный свет, отраженный от плоской поверхности, задерживается анализатором и поверхность выглядит темной. Часть света преломляется на внешней поверхности включения, проходит внутрь, отражается на поверхности включения—металл и выходит наружу, вновь испытывая преломление на внутренней поверхности [13]. В результате свет перестает быть поляризованным. Поэтому при скрещенном положении анализатора и поляризатора видно светлое изображение включения на темном фоне. Цвет включения может изменяться в результате интерференции [13], что связано с анизотропными эффектами при отражении поляризованного света.

Используя поляризованный свет, можно сделать выводы о форме прозрачных включений. Если включение имеет правильную круглую форму, то на его светлопольном (рис. 1.14, *a*, 4.21, *a*) и темнопольном (рис. 4.21, *б*) изображениях появляются концентрические кольца, связанные с интерференцией лучей, отраженных от внутренней поверхности включения [13]. В поляризованном свете при скрещенных николях наблюдается эффект темного креста (рис. 1.14, *б*). Контраст концентрических колец и темного креста зависит от совершенства формы включения [13].

Если включение не прозрачно, то концентрические кольца на светлопольном (рис. 1.15, *a*) и темнопольном (рис. 1.15, *б*) изображениях не появляются. В поляризованном свете (рис. 1.15, *в*, *г*) эффект темного креста отсутствует.

1.1.3. Метод дифференциально-интерференционного контраста

При использовании светлопольного освещения не всегда возможно получить контрастное изображение. Некоторые образцы могут изменять фазу отраженных лучей. Человеческий глаз реагирует на изменение интенсивности и цвета (длины волны), но не воспринимает оптической разности фаз. Поэтому в методе фазового контраста изменение фазы переводят в изменение интенсивности (или цвета), что делает видимыми особенности структуры [4].

В металлографии методы цветового анализа структуры (исследования фазового состава или ориентировки зерен) основываются на различии в химической активности фаз сплавов и производятся методом цветного травления. Толщина окисной пленки, формирующейся при травлении, и ее состав при этом различны для каждой фазы, что обуславливает различие отражения и преломления света на соответствующих участках поверхности и, следовательно, ее цвет при исследовании в оптическом микроскопе. Методам цветного травления посвящена специальная литература, в частности работа [14]. При цветном травлении видимый цвет фаз обусловлен физико-химическими процессами на поверхности образца и является условным, поскольку использование различных

реактивов может создавать различные цветовые сочетания и окрашивать одну и ту же фазу в разные цвета. На практике любое травление оказывается цветным; современные видеокамеры и фотоаппараты вполне могут различить оттенки цветов, которые раньше было достаточно трудно анализировать.

На рис. 1.16 (см. цв. вклейку) представлена структура серого чугуна, выявленная традиционным реактивом – 4%-ным раствором азотной кислоты в этиловом спирте. Съемка произведена фотоаппаратом с адаптером. Как видно, каждая фаза имеет свой собственный характерный цвет. Правда, следует сделать оговорку, что цветовая гамма поверхности образца определяется как спектральным составом падающего света, так и типом регистрирующего устройства (см. гл. 8).

Получить цветное изображение структуры можно также при использовании специальных устройств. При этом следует помнить, что получаемые цвета также являются условными и не всегда связаны с физическими свойствами фаз образца. К таким методам относится метод дифференциально-интерференционного контраста (ДИК).

Метод дифференциально-интерференционного контраста представляет собой усовершенствованный метод поляризационного контраста и может применяться для визуализации минимальных различий по высоте или неровностей на поверхностях [11]. При этом используется двулучепреломляющая призма Волластона или Номарского (рис. 1.17), которая расщепляет поляризованный пучок света на его пути к образцу на два частичных пучка, которые попадают на образец (рис. 1.18). В данной работе использовалась двулучепреломляющая призма Волластона в модификации Номарского.

Призмы состоят из двух склеенных между собою прямоугольных призм, изготовленных из кристаллов, обладающих двойным лучепреломлением (исландский шпат, природный кварц). Они склеены таким образом, чтобы их оптические оси были взаимно перпендикулярны. Луч света, падающий на боковую грань одного кристалла, разделяется на два плоско поляризованных луча – обыкновенный и необыкновенный, распространяющихся в таком кристалле с различными скоростями. Попадая во вторую призму под другим углом к направлению оптической оси второго кристалла, они преломляются у поверхности раздела двух склеенных кристаллов под различными углами (при этом обыкновенный луч становится необыкновенным и наоборот).

Выходя из второго кристалла наружу, каждый из двух лучей снова преломляется, почти симметрично отклоняясь один от другого в разные стороны от направления луча, входящего в первую призму. Визуально этот принцип выражается в том, что поверхность образца освещается поляризованным монохроматическим светом, т. е. имеющим определенную длину волны (окраску синим, или красным, или зеленым и т. д.). Если поверхность образца совершенно плоская, то она окрашивается одинаково. При горизонтальном перемещении призмы цвет плоской поверхности будет изменяться в соответствии со схемой, приведенной на рис. 1.19 (см. цв. вклейку). (Цветная шкала приведена

здесь для наглядности и не соответствует шкале интерференционных цветов.) Горизонтально перемещая призму, мы видим поверхность сначала, например, желтой, потом зеленой и т. д.

Однако если имеется небольшая ступень (перепад) на поверхности образца, то один из этих двух частичных лучей должен пройти путь на $2\delta h$ (h – высота перепада, δ – разность хода лучей) длиннее и приобрести разность хода. Поэтому участки образца, лежащие выше или ниже плоскости его поверхности, будут иметь свой собственный цвет.

Если поверхность изогнутая, то можно видеть одновременно несколько цветов или весь спектр. Для иллюстрации была сфотографирована плоская поверхность, в данном случае объект-микрометр (рис. 1.20, а, см. цв. вклейку). После этого, не меняя настроек оптической системы микроскопа, сфотографирована поверхность стального шарика [17] (рис. 1.20, б). Верхняя точка сферической поверхности соответствует светлomu пятну. Цвет, приблизительно соответствующий цвету на плоскости рис. 1.20, а, указан стрелкой. Из рисунка ясно, что цвет полос изменяется в соответствии с кривизной сферической поверхности. Последовательность цветов соответствует шкале интерференционных цветов при интерференции на клиновидной пластинке [18]. Практически этот метод является «обратным» тому, который применяется в кристаллографии для исследования прозрачных кристаллов [18].

При изучении объектов в отраженном свете с использованием дифференциально-интерференционных устройств наблюдается повышение контраста отдельных участков объекта с близкими по значениям коэффициентами отражения, что дает дополнительную информацию о структуре объекта. При этом объект кажется рельефным. Метод позволяет анализировать образец с точностью измерения высоты неровности (толщины) в нанометровом диапазоне [11].

Пример того, как может изменяться окраска образца при перемещении ДИК-призмы, показан на рис. 1.21 (см. цв. вклейку). Здесь представлено соединение разнородных металлов сваркой. Разные половины образца имеют разные свойства и полируются неравномерно. Поэтому материал по разные стороны от шва имеет некоторое различие в высоте, что и проявляется при использовании метода ДИК.

1.1.4. Роль способа освещения при исследовании структуры

Основная задача при исследовании структуры металла методом «на отражение» – получение условий отражения света поверхностью образца, при которых все детали структуры будут видны наилучшим образом. Здесь важны следующие аспекты: качество поверхности образца; качество травления на микроструктуру (если таковое необходимо); правильная настройка микроскопа.

Если все это соблюдается, то наиважнейшим является выбор способа освещения. Результативным может оказаться не только применение конкретного вида освещения – темного или светлогот поля и т. д., но и такие комбина-

ции, как, например, светлое (или темное) поле + поляризатор (или анализатор) и т. п. Во многих случаях приходится наугад подбирать варианты освещения, так как свойства поверхности образца не известны и нельзя заранее знать, как она будет взаимодействовать с определенным типом падающего света.

На рис. 1.22 представлена микроструктура чугуна при различных способах освещения. Для съемки было выбрано сложное зерно перлита с различным направлением роста и дисперсностью эвтектических колоний. Светлопольное освещение (рис. 1.22, *а*) не позволяет видеть все участки зерна; участок справа (стрелка) остается неосвещенным. При использовании светлого поля с анализатором (рис. 1.22, *б*) условия наблюдения наилучшие. Темнопольное освещение (рис. 1.22, *в*) дает возможность видеть включения (вероятно, неметаллические или остеклованные), которые не проявлялись в светлом поле, но не более того. Поляризованный свет (рис. 1.23) преимуществ по сравнению со светлым полем для исследования такой структуры не дает.

На рис. 1.24 (см. цв. вклейку) представлен обратный пример, который показывает эффективность применения темнопольного изображения для анализа многофазных сплавов. На светлопольном изображении видны выделения упрочняющих фаз, однако по их виду нельзя сказать, сколько фаз присутствует на шлифе (рис. 1.24, *а*). Темнопольное освещение позволяет увидеть помимо матрицы сплава по крайней мере еще две фазы, причем каждая фаза окрашена в свой характерный цвет – голубой и оранжевый (рис. 1.24, *б*). Также видны включения фаз по границам зерен.

На рис. 1.25 приведен пример структуры чугуна, содержащей включения графита. Темнопольное изображение в этом случае не является антиподом светлопольного, но позволяет увидеть детали структуры, которые в светлом поле не проявились. Включения графита наилучшим образом наблюдаются в светлом поле; применение анализатора несколько повышает контрастность изображения. Поляризованный свет в данном случае не информативен.

Рис. 1.26 (см. цв. вклейку) иллюстрирует возможность выявления участков поверхности, различно ориентированных относительно оси объектива. Плоскость, расположенная перпендикулярно оси объектива (рис. 1.26, *а*, участок *1*), в светлом поле имеет максимальную четкость и полностью освещена, в темном поле она имеет черный цвет (не освещена), в ДИК-призме она окрашена красным. Светлопольное изображение (рис. 1.26, *а*) имеет участки нечеткости (например, отмечено стрелкой *2*). Этот участок «светится» в темном поле, т. е. он располагается под углом к участкам типа *1*. В ДИК-призме эти участки окрашены зелено-голубым и располагаются выше плоскости *1*. Участки, имеющие в ДИК-призме зеленый цвет, располагаются в промежуточном положении по вертикали относительно плоскости *1* и участков типа *2*.

В случае, если поверхность образца не имеет ярко выраженного рельефа, применение ДИК-призмы существенных преимуществ не дает. Повышение качества изображения возможно за счет повышения разрешения при съемке, а также за счет темного поля, поляризованного света, косого освещения. На рис. 1.27 показа-

на структура аустенитной стали с включениями боридов при различных способах освещения. Использование разрешения 864×600 dpi (рис. 1.27, *a*) скрывает некоторые детали структуры. Применение косоугольного освещения (рис. 1.27, *б*) и разрешения 2592×1964 dpi (рис. 1.27, *в*) дает примерно одинаковые результаты. Темное поле и поляризованный свет (рис. 1.27, *г*, *д*) позволяют наблюдать отдельные детали структуры в соответствии с конкретной схемой освещения.

Цветные фильтры недостаточно результативны для исследования металлографических объектов. На рис. 1.28 представлено плоское включение, которое хорошо определяется в светлом поле (рис. 1.28, *a*). Поскольку включение плоское, в темном поле (рис. 1.28, *б*) детали его поверхности не различимы. Участки, отмеченные стрелкой на рис. 1.28, *a*, являются наклонными и поэтому хорошо видны в темном поле. Сравнение светлого и темного поля позволяет заключить, что объект, отмеченный стрелкой, не является порой. Применение светофильтров – зеленого и синего (рис. 1.28, *в*, *г*, 1.27, *е*) снижает резкость матрицы; контрастность включения по сравнению со светлопольным изображением существенно не повышается.

На рис. 1.29, *a* (см. цв. вклейку) представлено неплоское включение в светлом поле. Цветные фильтры (рис. 1.29, *б*, *в*) не улучшают качество изображения. Изображение, полученное в поляризованном свете, хорошо передает рельеф поверхности (рис. 1.29, *г*). Темнопольное изображение (рис. 1.29, *д*) дополняет светлопольное и фиксирует царапину, проходящую через включение. Дополнительное введение поляризатора (рис. 1.29, *е*) не изменяет вида структуры.

Сочетание различных форм освещения при анализе поверхности образца позволяет установить характер дефектов поверхности. На рис. 1.30 представлена поверхность алюминиевого сплава после оксидирования. На поверхности присутствуют дефекты, вид которых требуется установить. Из светлопольного изображения (рис. 1.30, *a*) видно, что дефекты поверхности являются или крупными включениями, или порами. При наведении резкости на центр дефекта («доннышко» поры) в нем видна структура (стрелка на рис. 1.30, *б*). По характеру расфокусировки (положение поверхности выше точки фокуса) можно определить, что дефект представляет собой сферическую пору. В темном поле дно поры не освещено (рис. 1.30, *в*). В поляризованном свете виден эффект темного креста (рис. 1.30, *г*). Совершенство световой фигуры зависит от совершенства формы дефекта.

Различные по степени правильности поры дают в темном поле различные эффекты (рис. 1.31, *a*, *б*). В случае геометрически правильной формы поры в темном поле наблюдаются концентрические кольца интерференционного происхождения [13], как на рис. 1.14 и 4.21. Дно поры при этом выглядит темным. На включениях фаз в темном поле (рис. 1.32, *a*, см. цв. вклейку) также проявляется эффект концентрических колец, но поскольку фазы имеют окраску (в особенности включение 1), они не могут быть спутаны с пористостью. Применительно к такому случаю фиксирование структуры в цвете имеет несомненное преимущество. На рис. 1.32, *б*, *в* показаны те же включения в светлом поле и темном поле в режиме «оттенки серого» соответственно. На таком изображении включение 2 можно принять за пору.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Введение	5
Глава 1. Методы металлографического исследования структуры	10
1.1. Способы освещения поверхности образца	11
1.1.1. Освещение по методу светлого и темного поля	12
1.1.2. Поляризованный свет	14
1.1.3. Метод дифференциально-интерференционного контраста	15
1.1.4. Роль способа освещения при исследовании структуры	17
1.2. Применение растрового и металлографического микроскопов	20
1.3. Получение и анализ изображений макроструктуры с помощью сканера	23
Глава 2. Ошибки изготовления и фотографирования образцов	47
2.1. Дефекты приготовления шлифов	47
2.2. Грязь в оптической системе микроскопа	51
2.3. Пятна жидкостей на поверхности	52
2.4. Отпечатки пальцев	54
Глава 3. Травление	72
3.1. Влияние состава травителя	72
3.2. Травление композиций	74
3.3. Дефекты травления	75
3.4. Всегда ли надо травить образец?	76
3.5. Пористые системы	80
Глава 4. Неметаллические включения и фазы сталей в сплаве	102
Глава 5. Анализ поверхности	126
5.1. Анализ изломов	126
5.1.1. Изломы металлов	128
5.1.2. Неметаллические материалы	129
5.2. Неполированные поверхности	130
5.2.1. Поверхности готовых изделий	130
5.2.2. Поверхности, сформированные инструментом	132
5.2.3. Поверхности, сформированные высокоэнергетическим воздействием	133
5.2.4. Неметаллические объекты	134
5.3. Поверхность тонких покрытий	136
Глава 6. Упрочняющие и декоративные слои	163
6.1. Наплавки и упрочняющие слои	164
6.2. Тонкие слои	168
Глава 7. Объекты биологического происхождения	187
Глава 8. Несвязанные объекты	201
Глава 9. Визуализация поверхности методом дифференциально-интерференционного контраста	215
Литература	218