

Физические методы
исследования

24.10.12

Метод изучения структуры

Металлография -

"Осн. лаб. по металлогр."

Мет - наука о стр. особенностях и фазовых составах металлов и сплавов

Металлография - исслед. качеств

Объекты исслед. - сплав., конструк. метал. и др.

Есть эл-тот анализ, когда мет. анализ позв. исслед. фазовый состав.

Стр-ра и стр-ра металлографич. и др. разные вещи.

Мног. исслед. объекты со специальными свойствами.

Не всегда можно увидеть стр-ру объекта

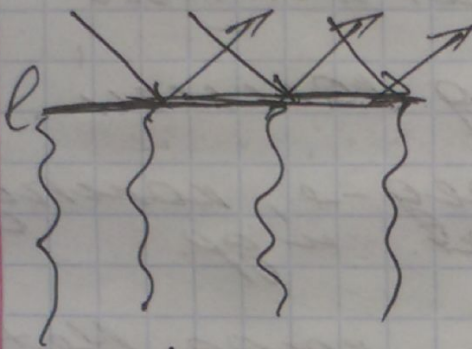
Процесс не по простым изобр. примерной стр-ры, либо некот-х св-х объекта. - осн. зад. Металлографии.

Мет. структура - достиж. 9/10 каковы-е невооруж. глазом либо с пом. микроск. Взаимосвязь. Обеспечение объектов IV с односторон. стр-рой, отделением

др. др. некогерентности
пов-ток раздела.

Когерентные волны - образуют совпад.
либо откл. на целое π или 2π .

Сдвигаем разность хода \rightarrow переводим
в разн. фаз.



if волны когерентны
то убедим только в

3 зерна

кислота при травлении на
каждое зерно действ. по-разному
т.к. каждое зерно имеет свои
зерноотн. со своим базисом век-в.

- пов-е-е рельефа

Мет. спектр хар-ек:

- химич.
- формой
- размерами
- плотностью
- распредел. находящихся в ТД
равновесных деформ. кр и пов-ли
раздела фаз

Дюр-м: 0-мерные
1-мерные

d^x -мерч.
 3^x -мерч.

Все стр. элементы подразд. на группы и маркируют

M - деор-тот и числовые (вакуумный, внедренный, атом замещения)

V - одномерные (дислокации)

G - 2 мер. деор-тот (пов-ти (границы) зерен, деор. упаковки)

P - 3 мер. деор-тот (пухляк (трещины), выношение и породоных веш-в (поры), выношение твердых веш-в)

Fe + углерод до 2% - сталь
Fe + углерод > 2% - чугун

Сегрегация - локализация некот. веш-ва в опред. обл-ти

A - анизотропия стр-ры (в св-ва в разных напр-ях материала)

Типы Met стр-ры:

- стр-ра внедренная (матрица с вкрапл. других др-в)

- стр-ра проросшая (орган, кит. входит др. в др.)

кол-во внедрений



- Размер - кол-во зерен и их велич
- форма
- распредел-



д^{на} зерна присутств.
равномерно в теле



зерна присутств. в
оболочках зерен

сегрегация припески
на границе кристаллов

Соотношение Колла - Пелла

Связывает предел прочности
с размером зерна.

Важнейш. инструм. мет-дичи вв.
микроскопа

- макроанализ - до 30-крат. увелич.
- невооруж. глаз
- микроанализ

Задачи и цели макроанализа

позв. оценить пов-ть образцов и
сделать закл. об общем строении мет

Опред. рез. кат. в мет

Макроан. дает предпосылки
для провод-я микроанализа.

Осн. задачи пов. решаются:

1. Общ. контроль изд-ч мет произ-ва
2. Изур-е мат-в после химико-термич.
и спец. термич. обработки

Терм. обр. - с целого популяц. и какой
обр-рот

Химико-терм. - формиру-я фаз

7.11.12

Микроанализ - увелич. $> 30\times$

Цели и задачи: (совм. с макроанал.)

1. Производ. контроль
Место, размер и т.д. обр-в по норм. док.
 2. Идент. протини поломки, деформаций
и т.д.
 3. Провед. идент. работ
Место, где делаем образец зав-т
от цели
- 1) Готовить обр. таким, что бы сохранился
исход. микрооб-р-т
 - 2) Такое кол-во обр-в, чтоб обеспечить
требуемую статистику.

Цели:

1. Обр-е микроатр-рт
2. Оценка кол-ва, размеров, формы
разлит атоз
3. Там где уже установ-е анализ хим.
сост, усл. полук и обраб-ки
материала, его микроатр-рт
и анализ

Микрохимия

Объект микроан.

Изготовл-е образцов

Этапы подготовл-я микроан.

1. Провед-е макроан. объекта
с опред-ем у-а на препарир-я

2. Препарирование
3. Монтирование образца
4. Иммергование
5. Полирование
6. Вовлечение микроструктуры

1. Объект стр-а целого. Распилить поперек, затем, где и т.д. Всплывет место.

2. Нужно вырезать. При воздейств. или извлечь стр-ру (невозможно извлечь)

Факторы, кот. влияют стр-ру

- температура плави.
- механич. нагрузки
- хим. взаимодействие с окр. средой
- эл. маг. возд-е (поле)
- излучением

При вырезке нужно помнить как извлечь всех этих факторов.

При вырезке стр. нужно сразу учесть, то, как мы будем его монтировать.

Операция вырезка м.б. при осуществ.

1. либо осуществов

3. Опер. способствующая проведению послед. операции (смонтировать, полир-ть) что б не нарушать микростр-ру при иммер-ке, полировке

Колодное шлифование
(Слав Вуда)

Метод шлиф. зав-т от
сформ. образца

Исповз. поддержив-ся швов

4. Шлифовка. Поверх-е первич-
ной м-ти для шлифовки

Шлифование: механическое
электролитическое
химическое

" Водоеб. 310 × 230 ^{марка} ^{порошка} БИС 20 П-А ⁴

↓ ↓ ↓
размер шифер. хар-ка
шета карбид зернистость
в мм кремния абразив.
количество осн. фракции маб-ла,
абр. порошок (в %) кол. нанесен

20 П - зернист., где осн. кол-во
абр. частицы размером
40 ÷ 50 ÷ 60 мкм

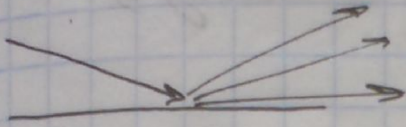
А - хар-ка качества материала
(хар-ет вид износостойкость)

5. Полирование - механическое
- химическое
- электрохимическое

Физические методы исследования поверхностей

14.11.12

Основан на э/ч и корпускулярных взаимодействиях и анализе излучения порошков на пов-ти



Методом облучения \bar{e}

Дифракция медлен./быстрых \bar{e}
отраж. быстрых
нейтральных частиц

Опес - спектроскопия

Приводит к ионному

Решетч. ионов:

\bar{e} - стимпульс. ионная десорбция

масс-спектрометрия с пов-ти

Можно бомбардировать прямо атомами

Спектрометрия ионного рассеяния

ОЭС → ОПС - Электронная спектроскопия
 (соединяется с анализом - дифф. межд. е)
 (AES) → АМЭ
 (LEED)

Фотоэлектронная спектроскопия
 (электр. спектр. для хим. анализа)

ОЭС / ЭСХА / ESCA

Масс-спектрометрия вторичных ионов

МСВУ

ПЭМ
 РЭМ просвечива^{емая}
 растровая электр. спектроскопия

ОЭС	ЭСХА	МСВУ	Критерии
$10^{-1} - 10^{-2}$	$1 - 10^{-2}$	$10^{-2} - 10^{-8}$	Чувств. хим. анализ (%)
5-10	5-10	5-10	Точность хим. анализ (%)
>He (изотопный анализ не чувствует)	>He	все	Возможности (по элм)
+	++	—	Анализ без разрушения
0,3-3 нм	0,3-3 нм	1-10 нм	Разрешение по глубине
50-500 нм	2-10 мкм	3 мкм-2 мм	Разреш. по поверхности
+	+++	++	Получ. info о fine структуре
+	—	—	Гонимая

28.11.12

① Косвенный метод - метод основан на получении образов (решетки)

Решетки размещают

1) по технологичности

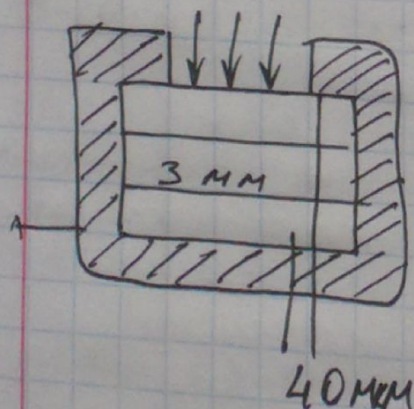
- негативные

- позитивные (со сетки)

Фрактография (раздел кон. изучает поверхность разломов)

② Полупрямой метод - комбинация прямого и ~~косвенного~~ косвенного приемов. В исслед. образцах структур с осн. разн. - решетка, а другие измер-ся непосредственно

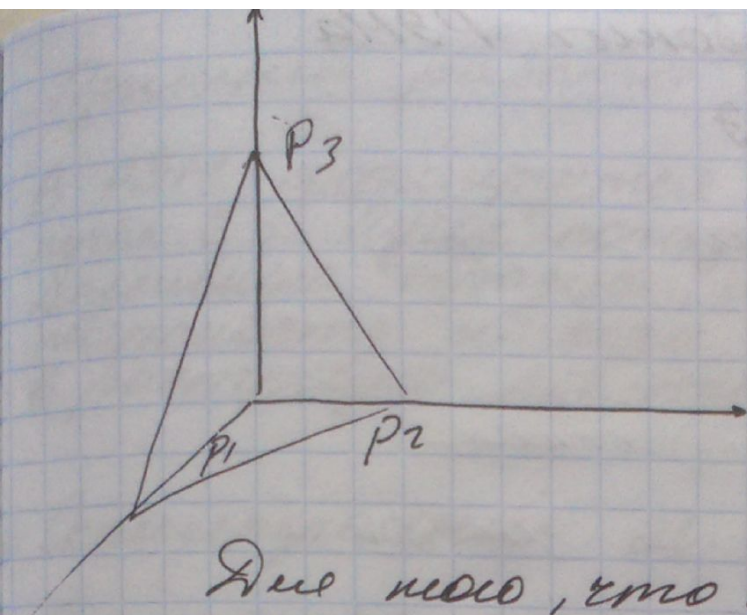
③ Прямой метод (метод тонких фолгов) объект помещ. в микроскоп и е. попад. на объект



Этот метод требует
помощи

Индекс Миннера

Набор чисел, предназначенный для того, чтобы по ним можно было определить направление в крист. образцах



$$\frac{1}{P_1} : \frac{1}{P_2} : \frac{1}{P_3} = h : k : l$$

(100)

Для того, что бы ввести инд. мш.
 Нам нужна КР (пар-рот КР) и
 ее-ме коорд. и кот. мы привязыв
 префикс - Обр. реш. соотв. семейству
 мш-мш прямой реш-ки

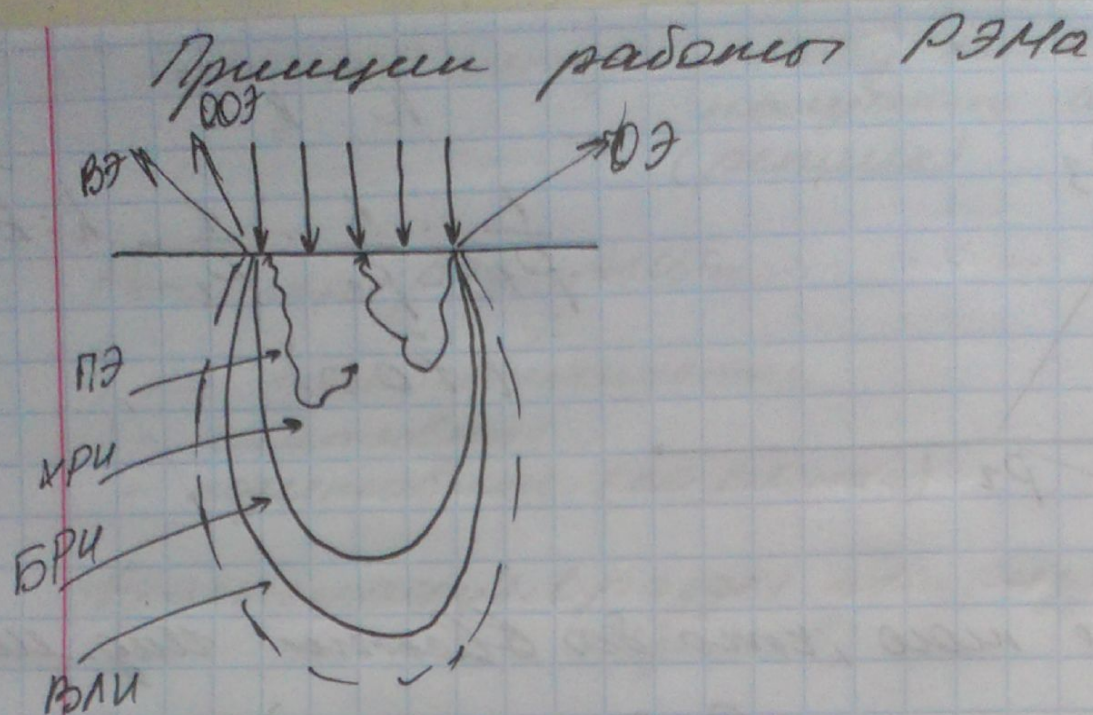
Растрбовая электронная
 микроскопия

5.12.12

РЭМ - один из видов электр. микроскопии,
 один из самых исповод. методов

	Разреш. сн-е-ть	Глубина фокуса	Поле зрения	Как делают обр-ки	Сред. напряж.	§
РЭМ	1,5 - 10 нм	большая	большая	прямой	Вакуум	↑↑
ПЭМ	0,2 - 1 нм	средняя	маленькая	сложной	Вакуум	↑↑↑
СМ	100 - 200 нм	малая	большая	прямой	Воздух	↓

Изодр в РЭМ можно ввести на экран



Поверхн. на кот. подаем пучок e^-
у нас возникают в поверхн. неупорядоченное вторичное e^- и в этом же слое ОНЭ- e^- , если двигаться дальше - обратно-отраженное e^- , дальше - рассеянное e^- , а дальше без e^- зона где может возникнуть ХРЧ, зона, где может возникнуть белое Р/Ч и зона - вторичное люминесцентное излучение

Слой глубины

ОНЭ- e^-

до 1 нм

ВЭ- e^-

от 1 до 10 нм

ООЭ- e^-

0,1 - 1 мкм

Р/Ч

0,2 - 2 мкм
до 5 мкм

При регистрации ВЭ от 1-10 нм
ООЭ - до 1 мкм

Принцип работы

В РЭМ формируется тонкофокусированный пучок e^- . Пучок попадает на пов-ть массивного образца, пучок сканирует поверхность и скан. пов-ть превращается в раструбую пов-ть

Сканирующий эл. микроскоп (РЭМ)

Энергия эл. зонда ($\sim 10 \text{ кВ}$)

Для формирования изображения должны наблюдаться:

- 1) интерес. элем. поверхности не должен быть заметно меньше diam. электр. зонда
- 2) вся наблюдаемая пов-ть должна равномерно освещаться пучком
- 3) точное попадание пучка на пов-ть и взаимодействие
- 4) взаимодей. e^- -пучка с различными пов-тями должно различаться пороговое z_1 - z_2 отличие по яркости
- 5) Постоянная времени в РЭМе должна быть во всех раз меньше времени формирования импульса
- 6) Размер детали на увел. изображении должен превышать предел разрешимости

- 1) Топографический контраст
- 2) атомы разных сортов (композиционный контраст)

образ. вследствие детектирования
разных спектров.

Устройство микроскопа

Микр. бывают как Э/М так и
Электронные.

Термические методы анализа

24.12.12

Термоэлектронная эмиссионная микроскопия

ТЭЭМ - сам исслед. образец явл. эммитером \bar{e} , эммитер. разное кол-во \bar{e}

Разное зерно эммитирует по-разному

Нам не придется создавать реверс по в-ти. Он дано в природе

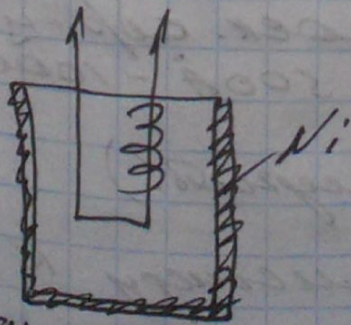
Результат исслед. образцов

in situ - наблюд. непосредственно

ТЭЭ микроскоп

- 1) Нагреватель для подгр. темпл. зонит. для эмиссии
- 2) Оптич. схема
- 3) Экран, устр. для визуализации изобр. (ф/з элемент., микр. рубка и т.д.)
- 4) Вакуум-мет.

Самый главный узел - узел нагрева



Ni чистый
к диаметру принаб.
образца.

давление греем
внутри W-структуры

активаторов - в-ва, обладающей малой
рабочей длиной

В одр. вводит трубку
В трубку из СС, этим газ
осад. на поверхности образцы
не как оксид, а с увеличив.
а с оседает. При этом не все
осад. а идет дальше, элемент.

Ост. элемент из узла катодной
массы

В этом узле полу. своб. E , они
между кат. осад. поле и электролит
фиксируются прих. катодом и
фокусировка E

Универсальный объектив для кат. масс

Разрешающая сп-ть - отношение
2-х энергий - ср. эн. E к ср.
энергии напряж. или поле на
поверхности.

$$\eta = \frac{E}{E}$$

При $T = 1000^\circ\text{C}$ $E = 10,1 \text{ эВ}$
для ускор. $E = 100 \text{ кВ}$ $\eta = 100 \text{ \AA}$

Для эквивалент. плоск. одр-цы,
реал. разр. сп-ть $\eta \sim 500 \text{ \AA} - 1000 \text{ \AA}$

Фокусировка (как полемика?)

- 1) Изм. напряж. E и измер. кат.
- 2) Изм. расст-е из кат.

3. Уст. доп. ксигу

Опр. из мех. исе др. итх ека и етиср.
Мет-дм

Г.к. коверти. реловот. претимствует
то лучше мех, чем кит

Б-хитише созз. реловот, он не аутисе

Паста Роин (из основе амброзисов)
темнооцветное

Разновесное (зел. корич. серо-е)

Наличие реловот. некапает живитом.

Обычно осветление скливания

Актив-р можно итисе до нагрет

Пирометрия (измер. темпер-ры)

- измерающее (уиз. поиме чл. бела
во всем спектре)

- яркостное (только в вид. змач)

- дифферен-ное (разн. в цвете)

Уст. термометру

Какую итору получасе

1. Ориентал. зерен (крисб.)

2. Физ. различия

3. Наименее, велич., и мет-м
распред. мерен

4. Топограф. поверхн.

5. Структ. стад. превращение

1. Совершенств. метода напр. аэр-фот.

7. Препинт. в изобрет. данн. безмощн.

3. Развитие вариантов этикетиров.

Метод контакт. разн. пом-лов

2 образца приводим в соприкосн.
разводим на расст., в проб-м
переводятся буквы до тех пор, пока
не сравняются лимит., м. в
сравнив-ся ур. черт

Рез Волотс Al
Zn
Станут
Рв

Конт. разн. цинер с пол. димам
конденсат. по методу Келовенс

На канд. водн. жарез.



Может наклонять внем.
эл. поле

Крайовое эф-м
полюс

$$Q = C(V_{12} + V)$$

$$C \rightarrow C + \Delta C \quad \Delta Q \rightarrow \Delta C (V_{12} + V)$$

V напряжение бак, что $-V_{12} = V$

$$\Delta C = \text{const} \quad \Delta Q = 0$$

Соедин. конденсатор и расчет. м-гу мас.

$$C(t) = C_0 + \Delta C \sin \omega t$$

$$i = V_{12} \omega \Delta C \cos \omega t \quad \text{ток перемещения и все ост. получаем}$$

Статив. конденсатор
(подбир. V)

Метод Андерса (мет. в воздухе)

Метод поправки поправки.