

Физические методы исследования твёрдых тел

17.10.
2012

Материалы делятся на функциональные
и конструкционные
поведение материалов = $f(\text{составные материалы})$

↓
свойства

= $f(\text{структура})$

- способность материала
определ. образом реагировать
на определённые воздействия

- совокупность
отношений между
составными частями

Методы делятся на исследуемые свойства
и исследуемую структуру.

Метаморфозы

24.10.
2012

Метаморфозы - наука о структурных особенностях и фазовых составах
мет. и сплавов

{ Петрография - исследование камней }

Объектами Метаморфозы могут быть
конструкционные материалы, соединения.

Структура, н.г.

Фазовый состав, н.г. есть мет. анализ,
когда мет. анализ

попечте структура, как таковая, и
метаморф - разное
марки - структура изоморфная
- текстура

Обно из жарг стереомии:

- воссоздать по темным изображениям
температуре объект

Метаморф. структура - это некое
модельное изображение. Марки
микроскопом, вращением
урачно образует твердое тело
с однородной кристал. струк-
турой, состоящих друг от друга
некогерентными поверхностями. Работает

Если фазе совпадет - волны когерентные



если волны когерентны - мы увидим
только т. λ

Травление - действие кислот, мы найдем
рельеф вместо λ

Мет. структура характеризуется:

- типич
- форма

- параматрицы
 - плотностью
 - распределению находит в то равновесии
 дефектов в р и поперки. породе фаз.
 Дефекты могут быть: одномерными, двумерными
трехмерными, нульмерными

Маркировка дефектов

M - нульмерные (вакансии, междоуз.
атомы замещения)

V - одномерные (дислокации)

G - 2х мерные дефекты (границы зерен, поверхности)

P - 3х мерный дефект (пустоты, трещины, поры)
(вкл. инородных тел или веществ)

Fe + C ($\leq 2\%$) - стали

Fe + C ($> 2\%$) - чугуны

Сегрегация - ~~это~~ примеси скаплив. в одном месте

A - анизотропные структуры / свои взаимные напр.
отличаются

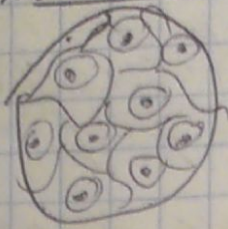
Структура внедрения

Структура кристаллизации

матрица, в кот. присутствует - до в структурную фазу
отдел. вкрапленные фазы прорастает

Количество внедрения

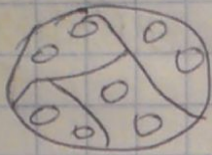
каво внедрений - один кава
 - другие вк



мало - 3 зерно
 70 зерен

форма

распределение



второе фазе равномерно
 присутств. в теле зерно



в отдельных зернах

сегрегация примесей у границ
 кристаллитов

Соотношение Кава - Петра - сверяется
 предел прогност с размерами зерна
 важнейшим инструм. метал. св. микроскоп

Макроанализ - до 30-ти кратного
 увеличения

7.11
 2012

Микроанализ - ~~фаз~~ расас. структура микр.
 рисунка с увеличением > 300

Цели и задачи:

1. Траувость. контроль / место, размер, кава при
 сред. нормат. документах
2. Исследование причин появления дефектов
 (соф. исслед. во время авар. кусе кп)

- 3) Проведение послед. работ (место образца опред. с учетом работ)
- 1) Приготовить такой образец, чтобы сохранить по микроструктуру
 - 2) Приготовить такое к-во образцов, чтобы обеспечить требуемую статистику

Цели микроанализа:

1. определение микроструктур
2. опред. / оценка к-ва размеров, форма и распредел. фаз
3. Макс. полное установл. связей хим. состава, условий получ. и обраб. материала его микроструктур и анализа

Объекты микроанализа:

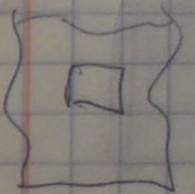
Изготовление образцов:

- 1) ~~объект~~ - проведение макроанализа объекта с опред. участка препарирования
- 2) - препарирование (водрезка)
- 3) - шлихтование (закругл. образца)
- 4) - шлифование
- 5) - полирование
- 6) - выявление микроструктуры

1. объект определяется целю, выбором места

2. водрезать при водрезании мин приращивать структуру (безвозвратно)

Факторы, кот. влияют на структуру:



- температура, масса.
- механические нагрузки
- хим. воздействие с окр. средой
- эл/магн.
- излучение

Часто как будем мониторить?

Опер. во время может приехать, а может отсутствовать

3. Мониторинг - операции, способств. след. операциям

Чтобы не нарушать микроклимат при напылении и шпаклевке
Холодное мониторование - сра. температурная среда
Сред. вид

Монитор. зависит от формы объекта

Услов. подтверждение качества шпак.

4. Шпаклевка - напыление первичной массы. Оне напыления

5. Полирование: - механическое
- химическое
- электрохимическое

Восстановит 310 x 230 БЧС 20П-А

310 x 230 размера в мм

БЧА - электрохимическое

БЧС - карбид кремния
↑
марка карбида

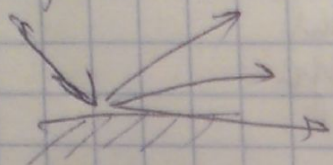
20 П - карбо дермидности
осн. кауч. - заплата, размерами 50, 40, 60 ~~фрагмент~~
дермидность осн. фракции
→ диаметр осн. фракц. микрон

A- кауч. качество материала, карбо. с
уплотнительностью

Физические методы исследования поверхностей

14.11.
2012

Основаны на э/м и корпускулярных
взаимодействиях и анализе излучения
ионизированной по пов-ти



Метод отпугивания $\bar{e}$

Дифракция леб/двух $\bar{e}$
отраж. двусторон
нейтрально отражающих

Опте-спектрометрия

Приводит к потере

Регистр. ионов

$\bar{e}$ -стимулиров. ионная десорбция
масспектрометрия с поверхности

Можно детектировать просто атомный
спектрометрия полного рассеяния
масспектрометрия

Правление ионов

Сд
Моноэнергетич

Взадействие на поверхности K_1 . . .

Оптическая спектроскопия
сочетается с анализом дифракции медл. энергии

ОЭС / ПМЭ
(AES) (LEED)

Фотоэлектронная спектроскопия
электро-спект. для хим. анализа

ФЭС / ЭСХА / ESCA

Массенспектрометрия вторичных ионов

МСВН /

SIMS

ПЭМ $\Leftarrow$ просвечивающая электр. спектроскопия ПЭМ
РЭМ $\Rightarrow$ растровая РЭМ

ОЭС	ЭСХА	МСВН	Критерии
$10^{-1}-10^{-2}$	$1-10^{-2}$	$10^{-2}-10^{-8}$	Чувствит. хим. анализ (%)
5-10	5-10	5-10	Точность хим. анализа (%)
>He	>He	все	Возможности / поэлементно
Изотопный анализ не требуется			Анализ без разрушения
+	++	—	Разрешение по глубине
50 нм - 5 мкм	0,3 мкм - 3 мкм	1 - 10 мкм	Разреш. по поперечн
0,3 - 3 мкм	2 - 10 мкм	3 мкм - 2 мкм	Разреш. по поперечн
+	+++	++	Разреш. по глубине
+	—	—	Разреш. по поперечн
			Разреш. по глубине

28.11.
2012

Окрасочный метод - метод, основ. на по-
лучении образов (реалии)

Классы различают

- 1) по технологичности:
 - неактивное
 - активное (со слепка)

Фрактографический метод - изучает поведен-
ие разрывов

2) Поверхностный метод - кантование, из-
учение и исследование, в исслед.
разных структур
основного слоя - реалии, а другие
структуры исследуются

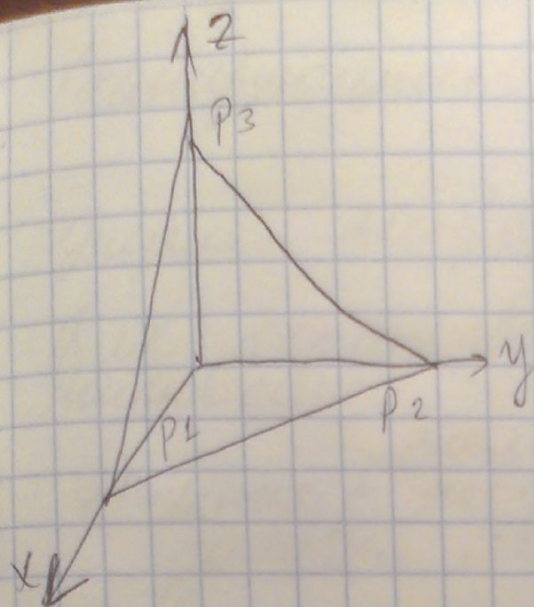
3) Прямой метод (лат. понимать) -
объект латин. в микроанализе $\bar{e}$ повед.
не объект



Изучение структуры
поверхности

Индекс Миллера

- 1 - направление кристаллит. объектов, не ввм
- 2 - направление кристаллит. объектов, не ввм
- 3 - направление кристаллит. объектов, не ввм



$$(h \ k \ l)$$

$$\frac{1}{p_1} : \frac{1}{p_2} : \frac{1}{p_3} = h : k : l$$

$$(1 \ 0 \ 0)$$

Для того, чтоб ввести индексы Миллера
нам нужно КР (параметры КР) и системы
координат, к кот. мы привязыв.

1 рефлекс — Сов. рещ. соотв. семейству п-тей
узелной рещ.

Расфокальная электронная микроскопия

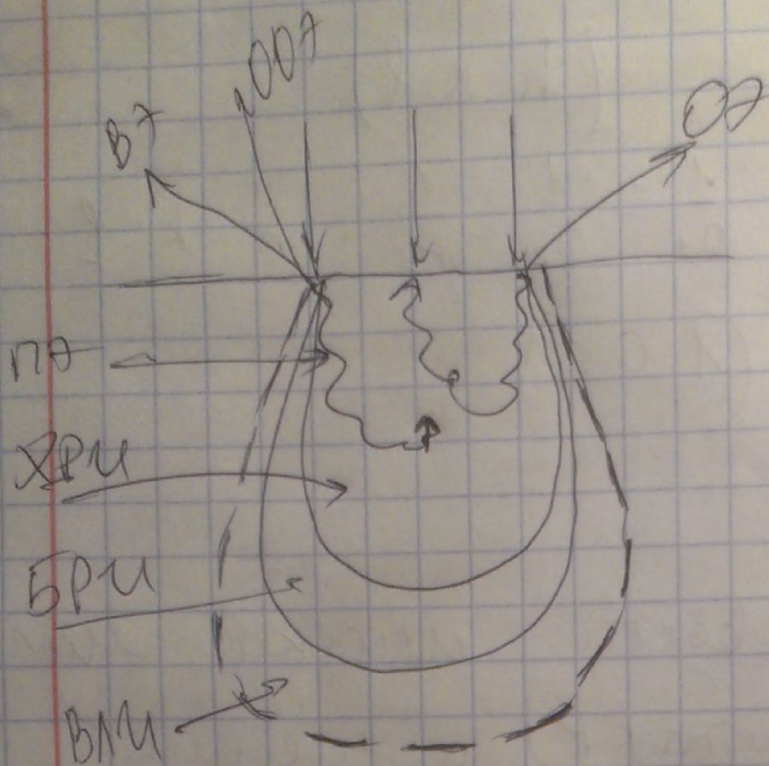
5.12.
2012

РЭМ — один из видов электр. микроскопии,
один из самых мощных методов

	Разреш. способность	Глубина фокуса	Поле зрения	Мех. деформ. образца	Сред. вакуум	\$
РЭМ	1,5-10 нм	большая	большая	простой	вакуум	↑↑
ПЭМ	0,2-1 нм	средняя	маленькая	сложный	вакуум	↑↑↑
СМ	100-200 нм	малая	большая	простой	воздух	↓

Узор в РЭМ можно ввести на экран

Принцип работы РЭМ



Поверхн. ко кот. полами пурок е, у нас вв-
никают в поверхн. ислухомат е, сло вторич-
ное е и в том же сло Оже-е, если
обычные дальне-обратно-отраженные е
дальне-полюсированные е, а дальне без е -
тоже, где может возникнуть ХРМ, тоже, где
может возникнуть - белое Р/и, и тоже -
вторичное люминесцентное, излучение

ОЖЭ - е	слой излучения
Втор. е	до 1 мм
ОЭ е	от 1 до 10 мм
Р/и	0,1 - 1 мкм
	0,2 - 2 мкм
	до 5 мкм

При расчете ВЭ от 5-10 нм
ОЭ - до 1 мкм

Принцип работы

В РЭМ формируется тонкосфокусиров-
ка е. Пурок попадает на поверхность
массивного образца, пурок сканирует
поверхность и скан. поверхн. образ. в
растровую поверхность

Сканирующий т. микроскоп (РЭМ)

Энергия электронного пучка ($\sim 10 \text{ кВ}$)

Вид формирования изображения зависит

- 1) интерес к поверхности не должен быть заметно меньше диам. электр. пучка
- 2) все наблюдаемые пов-ть объекта равномерно освещаются пучком
- 3) точное перемещение пучка по пов-и и фокусирование
- 4) брешисд. е-пучка с разными ...
напрям. сильно различается
прямое значение
сильно по-разному
- 5) пространственная структура объекта
только в неск. раз меньше времени
формирования изображения
- 6) размер детали не увел. проф. ампл.
не должен превышать предел
восприимчивости
- 7) топографический контраст
- 8) атомы разных сортов (контрастной контраст)
- 9) атомы вследствие детектирования разных типов

Устройство микроскопа
линзы образуют как э/м, так и электромагн.

24.12
2012

Термические методы анализа

Атомно-электронная эмиссионная микроскопия

АЭЭМ - сам исследуемый образец является источником электронов
эмитирует разное кол-во электронов

Разное зерно эмитирует по-разному
и разные атомы по-разному

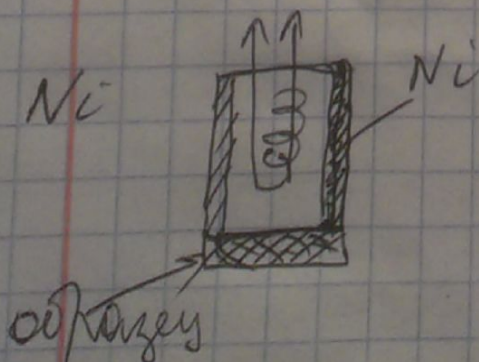
Наше не требуется создавать разную поверхность. Он сам дает разную
Высокотемперат. исслед. образцов

in situ - наблюдение непосредственно

АЭЭ микроскоп

- 1) Нагреватель для образцов, достаточной мощности
- 2) Оптическая схема
- 3) экран, устройство для визуализации (ФЭ умножитель, люминесцентная трубка и др.)
- 4) Вакуумная система

Самый главный узел - узел нагрева



мелкого цилиндра.
к нему принашивается
образец.
далее идет
внутрь и струя

используемые методы активационного

активатора - величина атомов малой

в атомах вводится трудность. ССЭ этот
трудность в атомах, так ССЭ этот
так атомно не поверен. атомно
не как атомно а ССЭ атомно,
а ССЭ атомно, при атомно ССЭ
атомно, а атомно атомно, атомно

Мног. атомно атомно атомно

Ост. атомно атомно атомно

В этом атомно атомно атомно
они атомно атомно атомно
атомно атомно атомно атомно
атомно атомно атомно атомно
атомно атомно атомно атомно

Универсального атомно атомно атомно

Разрешающая способность

Отношение двух атомно -
сред. атомно атомно атомно
сред. атомно атомно атомно
не атомно атомно атомно

$$\Gamma = \frac{\epsilon}{E}$$

При $T = 1000^\circ\text{C}$ $\epsilon = 0,1 \text{ эВ}$ $\Gamma = 100 \text{ \AA}$
атомно атомно $E = 100 \text{ кВ}$
атомно атомно атомно атомно

реальная разреш. способность
 $\lambda \sim 500 \text{ \AA} - 1000 \text{ \AA}$

Фокусировка (как погрузить?)

1. уменьш. напряжение ЭП между катодом
2. уменьш. расстояние между катодом
3. установка. оптимальн. линзу

Образу по тем же принципам, как и оптич. металлография

Т.к. поверхность рельефа представляет, то лучше механич. тем хим.

электрохимич. собирает рельеф, а он нам не нужен

расст. Толш, амальгамная масса

паста на основе амальгамы

разноцветные (зеленые, коричн. серые)
(серпентинитовые)

Какие рельефы искажает окислительная

Активация
Обычное осаждение активации

Активатор можно нанести до
начеве
можно пропустить порог активатора

Важно помнить какие Типы образцов мы можем получить эмпирически.

Физические (измерения температуры)

- интегральное (учит. полное изл. тело во всем спектре)
- спектральное (только в видимом диапазоне)
- дифференциальное (различия в свете солнца и других)

Используют термометры.

Какую сферу науки

1. Физические зерна (кристаллиты)
2. Газовое давление
3. Наличие, величину и плотность распредел. точек
4. Топографию поверхности
5. Структурные превращения

① Совершенств. методов непрямого измерения

② Развитие электронного метода для быстрого и точного измерения температуры

③ Развитие методов стимулирования эмиссии

①

Метод контактной разности потенциалов

Задача, приводящая в соприкосновении проводников, не растет электропроводности передается друг до тех пор, пока не сравняется химический потенциал, т.е. выравниваются уровни Ферми.
Ряд металлов: Al, Zn, Сталь, Pb

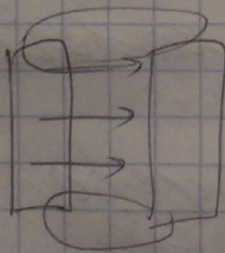
Контактная разность измер с помощью конденсатора по методу Кельвина

На конденсаторе возник заряд

Дипольный конденсатор

C - 4

Можно измерить внешний эффект



Крайовые эффекты

$$Q = C / (V_2 + V)$$

$$C \rightarrow C + \Delta C$$

$$\Delta Q \Rightarrow \Delta C / (V_2 + V)$$

V подобрать так, что $-V_2 = V$

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

C - опред геометрии и расст между
плоскостями

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

$$I_2 = V_{12} \omega \Delta C \cos \omega t \quad \text{ток мереем и все ост. получаем.}$$

2) Статический конденсатор
(подбираем V)

② Метод Андерса (метод экстр. точки)

③ Метод поверхн. ионизации
3) поверхн. ионизация мет
(расплава)
На поверхн направим поток
атомов или молекул, а решит
обращение или + десорбируем
из потока, кот мог быть на поверхн.

опред-ся как отношение:

$$L_+ = \frac{N_+}{N_0}$$

N_+ - поток одност.
десорбированных

радикалов или ионов

N_0 - поток атомов
в иониз.

Какая доля превратилась
(из тех, кот ушли)

ток ионов как измер и по нему
меряют концы света

④ Метод термической обработки

в вакууме поверхность можно вынуждать сорби-
ровать какой-то газ

→ Трещины поверхность, и с поверхностью
упаковывает газ в вакууме
в замкнутых небольших объемах
этого по мере давления
и по давлению определяют
сорбированного газа.