



УДК 669

Поступила 27.03.2015

ИСКУССТВО МЕТАЛЛОГРАФИИ: ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ТЕМНОПОЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ АНАЛИЗА СТРУКТУРЫ ОКРАШЕННЫХ ОБЪЕКТОВ

ART OF METALLOGRAPHY: POSSIBILITIES OF DARK-FIELD MICROSCOPY APPLICATION FOR COLORED OBJECTS STRUCTURE ANALISYS

А. Г. АНИСОВИЧ, И. Н. РУМЯНЦЕВА, Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь

A. G. ANISOVICH, I. N. RUMIANTSAVA, Physical and Technical Institute of National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

Рассмотрено применение метода темнопольной микроскопии для исследования окрашенных объектов материаловедения. Проиллюстрирована возможность анализа коррозионных поражений, а также определение толщины металлических покрытий. Показана возможность анализа «на отражение» в темном поле при исследовании неметаллических материалов – ортопедического имплантата и шамотного огнеупора. Приведен пример обнаружения дефектов углеродного покрытия.

The application of the method of dark field microscopy for the study of colored objects of material technology was researched. The capability of corrosive damage analysis and determination of the thickness of the metal coating were demonstrated. The performance capability of analysis of «reflection» in the dark field during the study of non-metallic materials – orthopedic implants and fireclay refractory were tested. An example of defect detection of carbon coating was displayed.

Ключевые слова. *Металлография, темнопольная микроскопия, окрашенные объекты.*

Keywords. *Metallography, dark-field microscopy, colored objects.*

В настоящее время наука находится на том рубеже, когда все явления, лежащие на поверхности, уже исследованы и описаны. Получение научного знания возможно в настоящее время только путем углубления в предмет исследования, познания все более глубоких масштабных уровней исследуемого объекта. Это относится непосредственно и к металлографии, требования к которой в настоящее время отнюдь не ограничиваются рамками банального материаловедения – получения изображения структуры и ее качественного описания. Современная металлография – комплекс качественных и количественных методов анализа структуры, предполагающих использование современного металлографического оборудования, средств компьютерной техники и математической обработки экспериментальных данных.

Ключевое значение имеет непосредственно методика получения изображений структуры, так как качество изображений определяет надежность последующей их интерпретации, а также возможность количественного анализа изображения.

Вопрос результативности металлографических исследований зависит, в первую очередь, от умения исследователя детально проанализировать структуру металла, возможности учесть все структурные эффекты, непосредственно влияющие на комплекс физико-механических свойств данного материала или изделия, а также установить артефакты, внесенные в процессе изготовления образца. В связи с этим огромную роль играет оснащение металлографических микроскопов дополнительными узлами (поляризаторами, диафрагмами, различными цветными фильтрами и т. д.), позволяющими проводить анализ различных деталей изображения и, как правило, дополняющих друг друга для получения адекватной картины структуры металла.

Применение специальных методов и методик в настоящее время затрудняется отсутствием информации о возможностях металлографического оборудования в связи недостаточностью публикаций на эту тему. В последнее время этот недостаток несколько восполняется [1–3]. Некоторые методические вопросы металлографии представлены в [4].

Вместе с тем, в настоящее время существенно расширился спектр материаловедческих объектов в силу появления новых материалов, методов их получения, методов обработки поверхности и т. д. В связи с этим полезно рассмотреть возможности специальных методов исследования с тем, чтобы привлечь внимание к необходимости более широкого применения опций современного металлографического микроскопа. Следует учесть также, что в современном материаловедении ушел в прошлое способ фоторегистрации изображений в черно-белой цветовой гамме. Компьютерная регистрация изображений дает возможность выделить специфические эффекты структуры разнообразных материалов, в том числе по их контрасту и цвету.

Данная статья посвящена анализу возможностей темнопольного изображения окрашенных объектов в металлографии. Метод дает возможность получения высококонтрастного изображения при большой разрешающей способности объектива и натурального вида окрашенных объектов [5]. Данный метод давно известен в металлографии, в частности, для идентификации включений в стали [6, 7]. Методика исследования в темном поле предполагает использование дополнительной диафрагмы, задерживающей центральные лучи, попадающие в объектив. При этом свет, отраженный от плоской поверхности, не попадает в объектив. Поверхность при этом кажется темной. Объективом фиксируется свет, отраженный от неплоскостных участков [8]. Изображение при этом воспринимается как «негативное» по отношению к обычному. Основное достоинство метода состоит в том, что появляется дополнительная возможность анализировать детали структуры, не лежащие непосредственно в плоскости шлифа и недоступные при анализе в светлом поле по причине недостаточной глубины резкости, а также анализировать объекты по их цвету.

Одним из примеров объекта, нуждающегося в специальных методах металлографии, является поверхность материалов (преимущественно металлических) после коррозионных испытаний, когда важно оценить масштаб и характер коррозионных поражений. При этом необходимо ясно различать структуру металла или защитного слоя (а также зоны контакта); повреждения, вызванные непосредственно коррозией в материале подложки или защитном слое (если таковой имел место); загрязнения продуктами коррозионного процесса; загрязнения шлифа в процессе его изготовления. На рис. 1 показана структура композиции сталь 3 (вверху) – цинк после испытаний на общую коррозию. Шлиф травлению не подвергался. Анализ такого объекта в светлом поле представляет некоторые трудности, поскольку предлагает изображение, по сути двухцветное; цвет определяется здесь осветительной лампой микроскопа. При использовании темнопольного освещения возможно выделить специфические детали структуры. В частности, участок 1, являющийся черным в светлом поле, в темнопольном изображении проявляется как

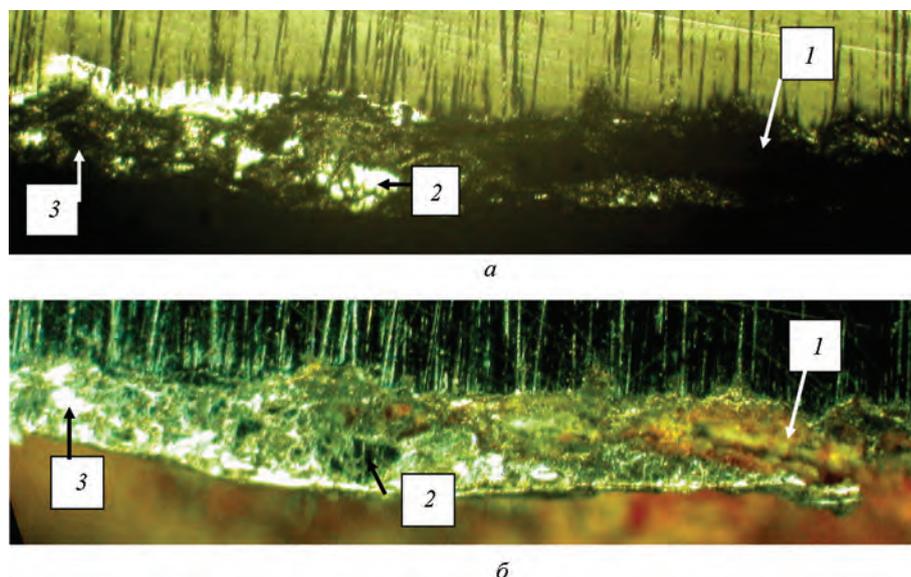


Рис. 1. Структура композиции сталь 3 – цинк после испытаний на общую коррозию в светлом поле (а) и темном поле (б). $\times 160$

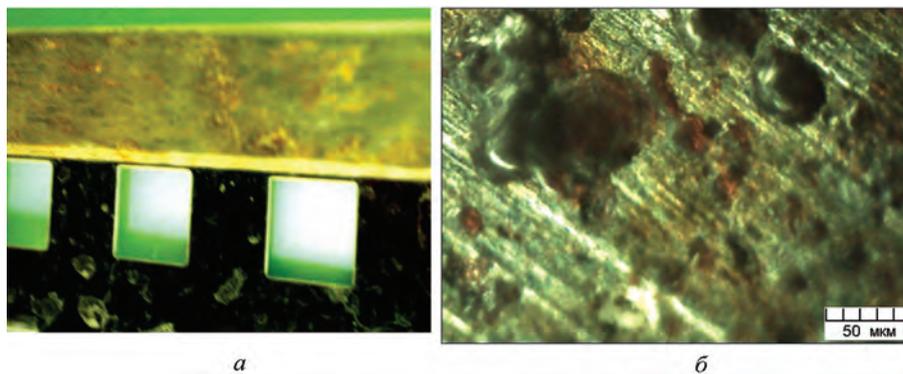


Рис. 2. Рама вентиляционной решетки: *а* – макроструктура; *б* – микроструктура

скопление продуктов окисления поверхности. Об этом можно судить по цветовой гамме изображения, окрашенного в свои естественные цвета. В данном случае по характерному цвету возможно однозначно идентифицировать оксид железа – красную ржавчину. Участок 2 – фрагмент покрытия; участок 3 – поры. Сравнительный анализ данных структур позволяет заключить, что покрытие практически полностью разрушилось в процессе испытаний, поскольку ржавчина присутствует по всей толщине покрытия.

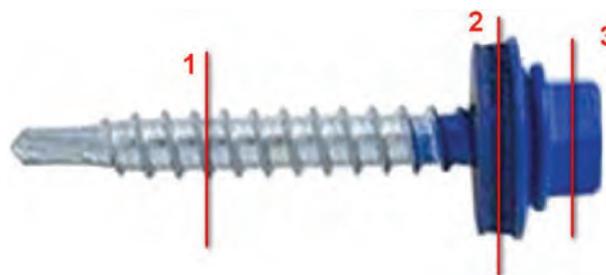


Рис. 3. Саморез кровельный

Поскольку продукты коррозионного процесса, как правило, окрашены, идентификация по цвету является достаточно надежной, в особенности, если известна природа металлического объекта. В частности, для стального изделия продукты окисления видны как на макроскопическом изображении (рис. 2, *а*), так и при исследовании микроструктуры (рис. 2, *б*). Наличие ржавчины в этом случае было подтверждено рентгеноструктурным анализом [9].

Цвет в темном поле имеют не только металлические материалы, но также пластмассы. Ниже приведен пример определения толщины цинкового покрытия кровельного самореза (рис. 3). На участках 2 и 3 изделие покрыто синим пластиком; на участке 1 покрытие отсутствует. Определение толщины покрытия было проведено на поперечных шлифах.

Определение толщины покрытия на участке 1 может встретить затруднения. При отрезке и приготовлении шлифа образца слой цинка может быть полностью или частично утрачен (рис. 4, *а*), что может повлечь за собой ошибку в определении толщины покрытия. Более надежным является определение толщины цинкового покрытия в той части изделия, где есть покрытие пластика. Определение толщины покрытия по зоне 2 более удобно. Темнопольное освещение позволяет идентифицировать синее покрытие пластика (рис. 5) как в отсутствие травления, так и после него. На таком изображении толщина покрытия определяется однозначно и составляет 12 мкм. В светлом поле цвет пластика не проявляется (рис. 4, *б*). Его можно только угадать по характерной структуре, что требует навыка наблюдения неметаллических материалов у оператора (на рис. 4, *б* красным отрезком обозначено покрытие цинка, белым – пластик).

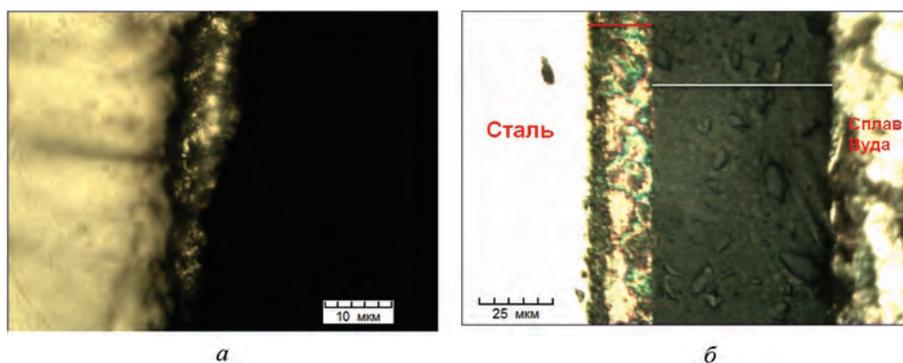


Рис. 4. Покрытие цинка в зонах 1 (*а*) и 3 (*б*)

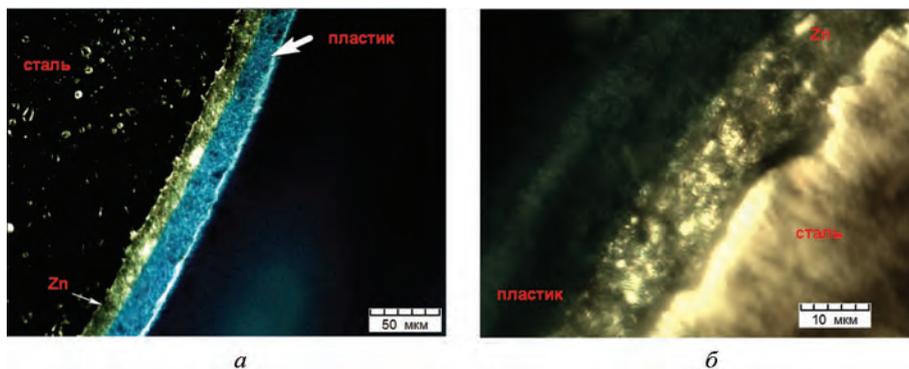


Рис. 5. Цинковое покрытие на участке 2: *а* – без травления; *б* – после травления

Темнопольная микроскопия применяется в медицине. Известно такое направление, как гемосканирование – анализ препаратов крови в темном поле. При этом используется схема освещения объекта «на просвет». Ниже проиллюстрирована возможность материаловедческого подхода к некоторым проблемам ортопедии. В качестве составной части эндопротезов используется губчатый титан, непосредственно контактирующий с костной тканью. Повышение надежности работы эндопротезов при использовании таких материалов достигается за счет формирования контактного слоя на границе костная ткань – металл при заполнении пор органической костной тканью. На рис. 6 представлены темнопольные фотографии микроструктуры контактного слоя костная ткань–губчатый титан. Качественная идентификация структурных составляющих по аналогии с другими объектами материаловедческого профиля позволяет заключить, что блестящая фаза относится к металлической составляющей – титану; матовая составляющая является неметаллической или аморфной, имеющей собственный цвет, отличный от цвета титана. Единственным вариантом неметаллической составляющей в данном случае может являться биологическая ткань. На рис. 6, *а* показан вариант неполного заполнения биологической тканью пор титана, находящихся на удалении от поверхности. Незаполненная пора отмечена стрелкой. На рис. 6, *б* показано полное заполнение пор в поверхностной и приповерхностной зоне имплантата [10]. Костная ткань на этом изображении имеет более светлый тон.

В качестве примера керамического объекта интересен шамотный огнеупор. Это наиболее распространенный огнеупорный материал, широко применяемый в металлургической, химической, стекольной, цементной и других отраслях промышленности. Для получения шамотного огнеупора используется интервал температур от 400 до 1300 °С. При этом формируется спектр различных кристаллических фаз: муллит, кристобаллит и т. д. Обычно в шамоте имеется также некоторое количество зерен кварца. В процессе эксплуатации при контакте с различными химическими реактивами в шамоте могут формироваться корунд, нефелин, анортит, геленит, псевдоволластонит, пироксены и др. [11]. В процессе эксплуатации в шамоте присутствует стекло переменной окраски – от бесцветного до темно-зеленого; бесцветная или слегка зеленоватая шпинель ($ZnO \cdot Al_2O_3$), называемая ганитом. Таким образом, шамотный огнеупор представляет собой весьма сложный в фазовом отношении объект. Как правило, возможность его анализа металлографическими методами дает только темнопольное освещение. Цветовая гамма шамота достаточно широка. На рис. 7, *а* приведена структура поверхности шамота после шлифовки. По цвету структурных составляющих возможно сориентироваться по составу.

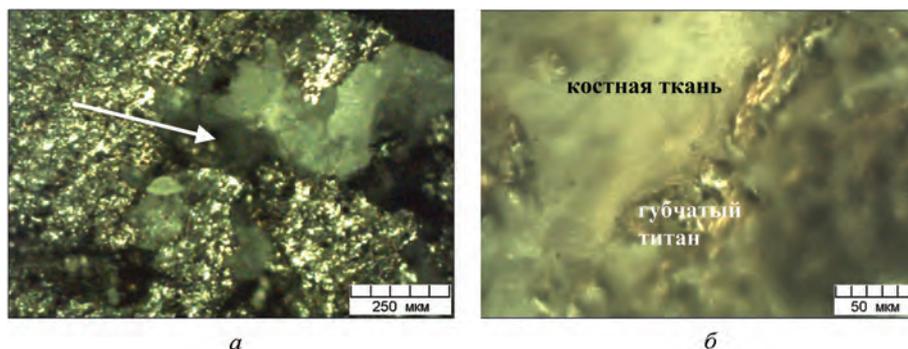


Рис. 6. Расположение органической ткани в порах титана

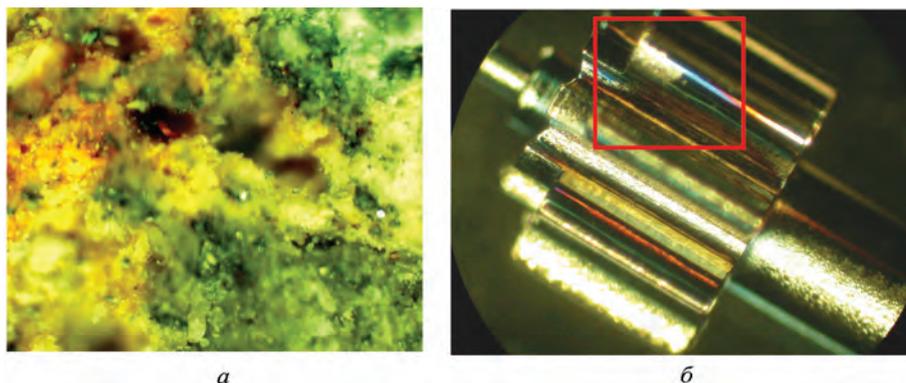


Рис. 7. Шамотный огнеупор (а) и часовая ось с дефектом (б)

Пример исследования трехмерного объекта приведен на рис. 7, б. Темнопольное освещение позволяет до некоторой степени повысить глубину резкости, поэтому есть возможность зафиксировать деталь полностью. В данном случае стояла задача определения брака покрытия часовой оси. В темном поле видны цвета побежалости, а также «шагрень» на месте вспучившегося покрытия. Применение дифференциально-интерференционного контраста [4] позволяет рассмотреть участок отслоения в деталях.

Таким образом, темнопольная микроскопия является информативным современным методом исследования разнообразных объектов как металлических, так и неметаллических.

Литература

1. Кларк, Э. Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э. Р. Кларк, К. Н. Эберхардт. Нью-Йорк: CRC Press, 2002, 371 р.
2. Егорова, О. В. Техническая микроскопия [С микроскопом на «ты»] / О. В. Егорова. М.: Техносфера, 2007. 376 с.
3. Пантелеев В. Г. Компьютерная микроскопия / В. Г. Пантелеев, О. В. Егорова, Е. И. Клыкова. М.: Техносфера, 2005. 304 с.
4. Анисович А. Г., Румянцева И. Н. Практика металлографического исследования материалов. Минск, Беларуская навука, 2013. 221с.
5. Анисович А. Г. Возможности использования темнопольного освещения для анализа несвязанных объектов // Литье и металлургия. 2013. № 1(69). С. 116–122.
6. Зайцева Л. П., Порохова Т. Г. Цветная металлография в видимых и ультрафиолетовых лучах. М.: Металлургия, 1964. 169 с.
7. Червяков А. Н. Металлографическое определение включений в стали/ А. Н. Червяков, С. А. Киселева, А. Г. Рыльникова. М.: Гос. науч.-техн. изд-во литературы по черной и цветной металлургии, 1962. 248 с.
8. Анисович А. Г., Красневский С. М., Степанкова М. К. Использование темнопольного изображения для идентификации фазовых составляющих трубных сталей // Литье и металлургия. 2012. № 1(64). С. 99–103.
9. Анисович А. Г., Румянцева И. Н. Антипродукция: проблема качества металла // Литье и металлургия. 2009. № 3(52). С. 127–131.
10. Рущкий В. А., Анисович А. Г., Румянцева И. Н., Маслов А. П. Исследование структуры биометаллического композита «костная ткань-губчатый титан» методами металлографического анализа // Журн. Гроднен. ун-та, 2010. № 30(1). С. 97–99.
11. Торопов, Н. А. Кристаллография и минералогия / Н. А. Торопов, Л. Н. Булак. Л.: Изд-во лит-ры по строительству, 1972. 503 с.

References

1. Klark A. R., Jeberhardt C. N. *Mikroskopicheskie metody issledovanija materialov* [Microscopic methods of materials research]. New York, CRC, 2002. 371 p.
2. Egorova, O. V. *Tekhnicheskaja mikroskopija [S miksroskopom na «ty»]* [Technical microscopy]. Moscow, Tehnosfera Publ., 2005. 304 p.
3. Panteleev V. G., Egorova O. V., Klykova E. I. *Komp'juternaja mikroskopija* [Computer microscopy] Moscow, Tehnosfera Publ., 2005. 304 p.
4. Anisovich A. G., Rumiantseva I. N. *Praktika metallograficheskogo issledovanija materialov* [Practice of materials metallographic examination]. Minsk, Belaruskaja navuka Publ., 2013. 221 p.
5. Anisovich A. G. *Vozmozhnosti ispol'zovanija temnopol'nogo osveshhenija dlja analiza nesvjazannyh obektov* [Possibilities of application of Dark-Field illumination for the analysis of unconnected objects]. *Lit'e i metallurgija – Foundry production and metallurgy*. 2013, no.1 (69), pp.116–122.
6. Zajceva L. P., Porokhova T. G. *Cvetnaja metallografija v vidimyh i ul'trafioljetovyh luchah* [Color metallography using visible and ultraviolet rays]. Moscow, Metallurgy Publ., 1962. 199 p.
7. Chervjakov A. N., Kiseleva S. A., Rylnikova A. G. *Metallograficheskoe opredelenie vkljuchenij v stali* [Metallographic identification of inclusions in steel]. Moscow, Metallurgy Publ., 1964. 248 p.

8. Anisovich A. G., Krasnevskij S. M., Stepankova M. K. Ispolzovanie temnopolnogo izobrazhenija dlja identifikacii fazovyh sostavljajushhih trubnyh stalej [Usage of dark-field image for identification of phase components of pipe steels]. *Lit'e i metallurgija – Foundry production and metallurgy*, 2012, no.1, pp.99–103.

9. Anisovich A. G., Rumiantseva I. N. Antiprodukcija: problema kachestva metalla [Antiproduction: problem of metal quality]. *Lit'e i metallurgija – Foundry production and metallurgy*, 2009, no.3, pp.127–131.

10. Ruckij V. A., Anisovich A. G., Rumiantseva I. N., Maslov A. P. Issledovanie struktury biometallicheskogo kompozita «kostnaja tkan-gubchatyj titan» metodami metallograficheskogo analiza [Metallurgical study of biometallic composite (bone stock- spongy titanium) structure]. *Zhurnal Grodnenskogo universiteta – Magazine of Grodno University*, 2010, no.30, pp.97–99.

11. Торопов, N. A., Булак L. N. *Kristallografija i mineralogija* [Crystallography and Mineralogy]. Leningrad, Izdatel'stvo literatury po stroitel'stvu Publ., 1972, 503 p..

Сведения об авторах

Анисович Анна Геннадьевна, д-р физ.-мат. наук (E-mail: anna-anisovich@yandex.ru), *Румянцева Ирина Николаевна*, инженер (тел.: (+375 17) 237-06-13), Физико-технический институт НАН Беларуси, 220141, Беларусь, г. Минск, ул. Купревича, 10.

Information about the authors

Anisovich Anna, Doktor of Physical and Matematical Sciences (E-mail: anna-anisovich@yandex.ru), *Rumiantseva Irina* (tel.: (+375 17) 237-06-13), Physical and Technical Institute of National Academy of Science of Belarus, 10, Kuprevicha Str., Minsk, Belarus