

Лабораторная работа 5

Определение методами просвечивающей электронной микроскопии параметров структуры материала с наноразмерными частицами второй фазы

Томск – 2013

Рекомендуемая литература

- 1. Томас Г. Электронная микроскопия металлов. – М.: Иностранная литература, 1963. - 347 с.
- 2. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. – М.: Metallurgy, 1973. – 584 с.
- 3. Чернявский К.С. Стереология в металловедении. – М.: Metallurgy, 1977.- 208 с.
- 4. Гольдштейн М.И., Фарбер Б.М. Дисперсионное упрочнение стали. - М.: Metallurgy, 1979. – 208 с.
- 5. Григорович В.К., Шефтель Е.Н. Дисперсионное упрочнение тугоплавких металлов. – М.: Наука, 1980. – 304 с.

Цель работы

**Определение методами просвечивающей
электронной дифракционной микроскопии
параметров структуры материала с
наноразмерными частицами второй фазы**

Задачи работы

1. Ознакомиться с методиками определения объемной доли наноразмерных частиц второй фазы;
2. Определить величину объемной доли наноразмерных частиц второй фазы;
3. Исходя из полученных результатов, оценить вклад частиц второй фазы в упрочнение материала.

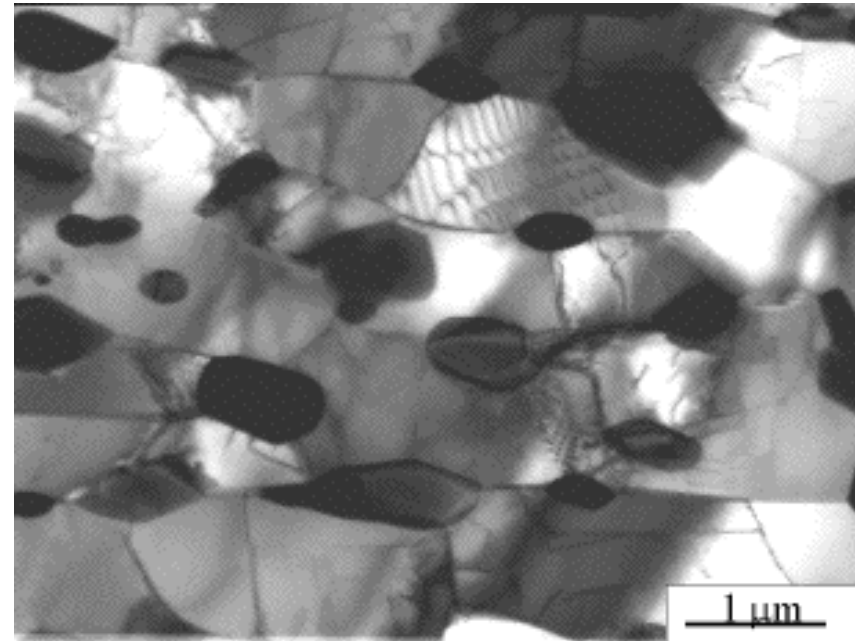
Вид отчетности:

Сдать реферат и отчет на тему:

Определение методами просвечивающей электронной микроскопии параметров структуры материала с наноразмерными частицами второй фазы

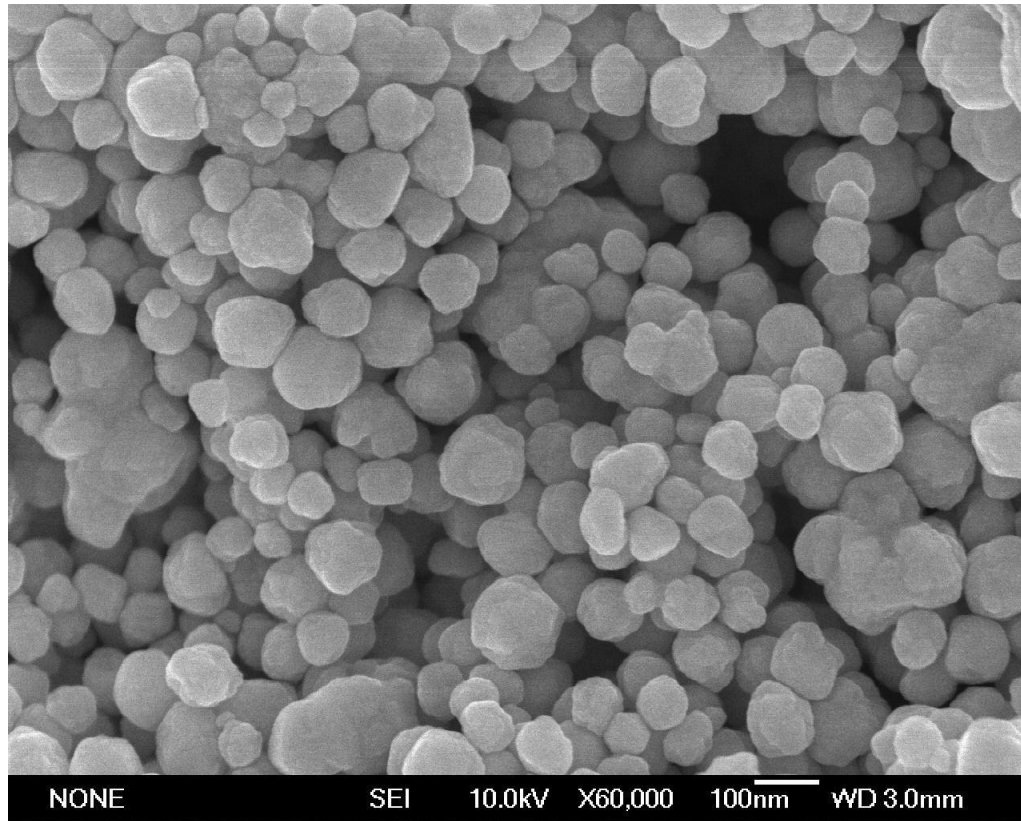
Наноразмерные частицы

Наноразмерные частицы второй фазы в стали



5

Наноразмерные частицы порошка серебра



Основными параметрами сплавов с частицами второй фазы являются *объемная доля частиц, размер отдельных частиц и межчастичное расстояние*. Размеры частиц даже в пределах одного зерна существенно различны. Особенно велико различие размеров частиц, расположенных в матрице зерен, субзерен и по их границам. Это связано с различием коэффициентов диффузии легирующих элементов вдоль границ и субграниц, а также в объеме зерна. Будем анализировать частицы, расположенные в объеме зерна.

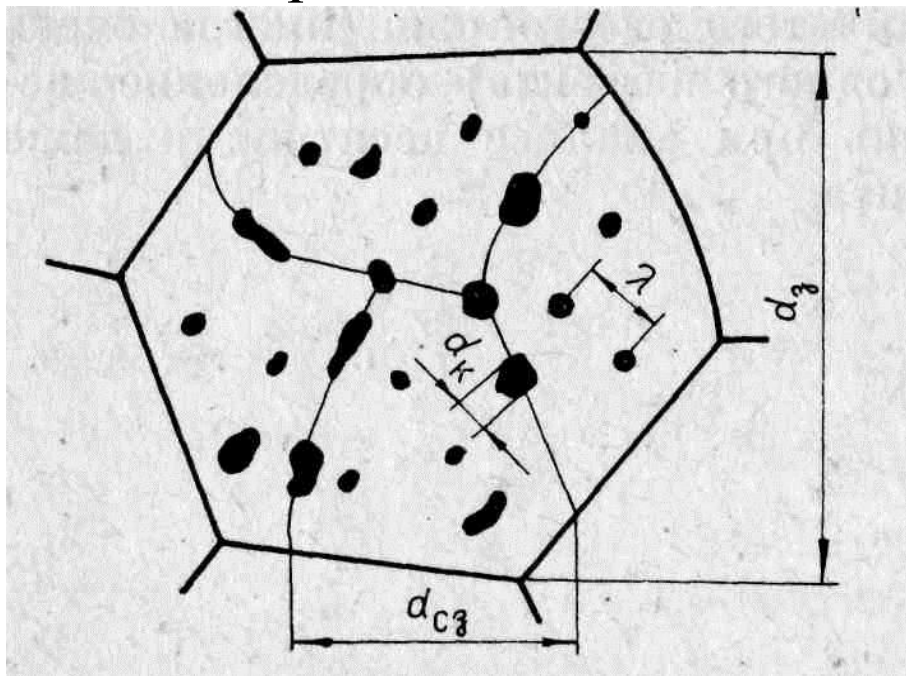


Рис. 1. Схема строения материала с частицами второй фазы;
 d_z – диаметр зерна; $d_{сз}$ – диаметр субзерна; d_k – диаметр частицы второй фазы; λ – расстояние между ближайшими частицами второй фазы.

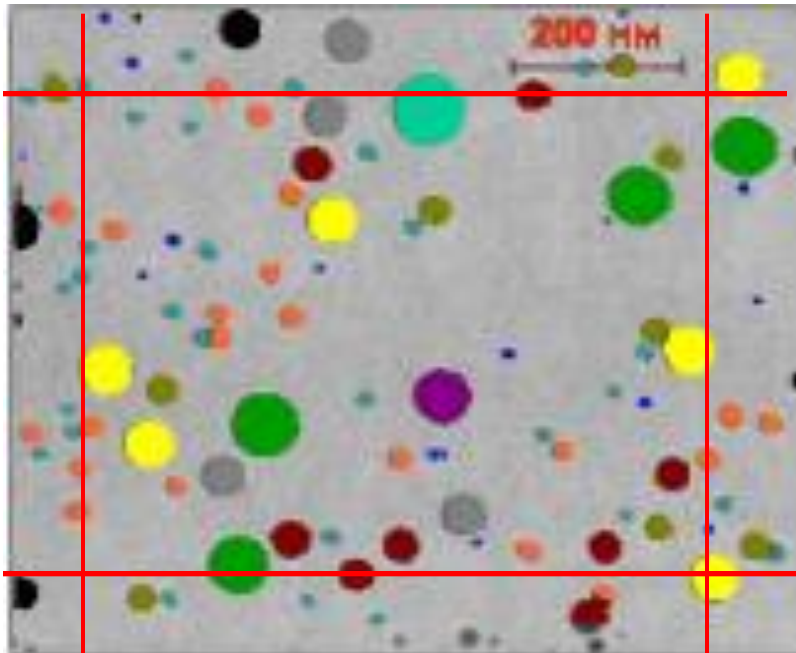
ОЦЕНКА ПАРАМЕТРОВ МАТЕРИАЛА С ЧАСТИЦАМИ ВТОРОЙ ФАЗЫ

Будем анализировать равноосные частицы; будем предполагать, что они имеют форму шара. Методически такой подход вполне оправдан, так как при этом существенно облегчается применение математического аппарата. Отмеченный подход, как правило, не вносит значительной погрешности в величину механических характеристик материала, анализируемых с привлечением количественных данных о параметрах второй фазы.

Основными характеристиками, используемыми для количественного описания дисперсной фазы, служат средний размер частиц d , расстояние между частицами λ , их объемная доля f , удельная поверхность S_y .

Параметрами, измеряемыми при металлографических исследованиях, являются число частиц на единице площади N_S и число частиц на единице длины N_L .

При определении N_s (число частиц на единице площади) рекомендуется пользоваться методом сеток. Для этого на фотографии выделяют прямоугольный контур со сторонами, большими размера присутствующих в сплаве частиц. Затем подсчитывают число частиц z внутри контура и число частиц, пересекаемых прямыми линиями контура за вычетом частиц, расположенных в узлах u , а также число узловых частиц ω . Число попавших в контур частиц x подсчитывают по следующей формуле:

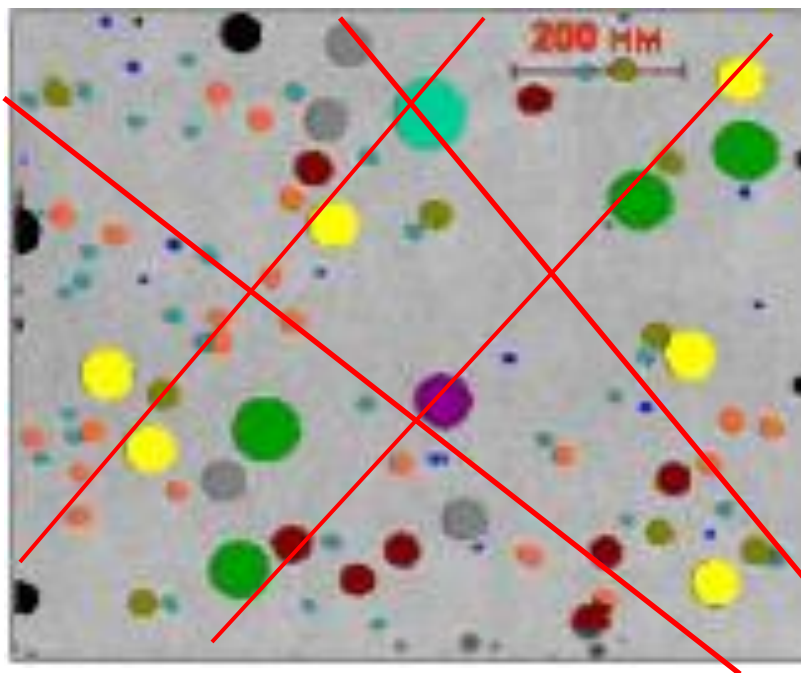


$$x = z + 0,5u + 0,25\omega$$

Разделив число x на площадь ячейки сетки, получают число частиц на единицу площади N_s :

$$N_s = \frac{X}{S}.$$

Значение N_L (число частиц на единицу длины) определяют как общее число частиц n , пересеченных произвольно проведенными секущими, отнесенное к общей длине секущих L :



$$N_L = \frac{n}{L}.$$

Параметры N_S и N_L позволяют определить количество сферических частиц в единице объема N_V :

$$N_V = \frac{\pi N_S^2}{4 N_L}$$

и объемную долю дисперсных частиц (частиц с формой, близкой к сферической) f , представляющую собой отношение объема, занятого частицами, ко всему объему:

$$f = \frac{8 N_L^2}{3\pi N_S}$$

Радиус частиц связан с параметрами N_L и N_S следующим соотношением:

$$r = \frac{2 N_L}{\pi N_S}$$

Таким образом, для того, чтобы определить радиус сферических частиц, достаточно подсчитать число частиц, находящихся в произвольном сечении N_S , и число пересечений с этими частицами произвольно проведенной прямой линии N_L . Площадь частиц и длину отрезков пересечения измерять не нужно. На практике приведенные зависимости можно использовать для приближенного измерения параметров структуры при условии, что разница в размерах частиц невелика.

Учитывая выражения для N_V и f , радиус частиц может быть определен также из выражений:

$$r = \frac{N_S}{2N_V} \quad \text{или} \quad r = \frac{3f}{4N_L}$$

Электронная микроскопия (метод тонких фольг) вносит свои коррективы в определение размера частиц второй фазы и числа частиц в единице объема:

$$N_v(\phi) = \frac{N_s}{(t_0 + \bar{d})}$$

Здесь $\bar{d} = 2r$ – средний размер сферических частиц второй фазы; N_s - число частиц на единице площади проекции; $t_0 = 200$ нм – толщина фольги.

При структурных исследованиях сплавов, содержащих частицы второй фазы, большое внимание уделяют межчастичному расстоянию. Этот параметр является функцией объемной доли f и среднего диаметра частиц второй фазы \bar{d}

Следует различать так называемое среднее расстояние между поверхностями частиц λ и среднюю длину пробега (СДП) дислокаций между частицами σ (рис. 2). Последний параметр называют средним свободным промежутком между частицами. Средняя длина свободного пробега представляет собой среднее расстояние между поверхностями частиц вдоль любой прямой линии. Для сплавов со случайным распределением частиц СДП не зависит от направления, в котором проведена линия, и определяется по формуле:

$$\sigma = \frac{1-f}{N_L} \quad \text{или} \quad \sigma = \frac{4r(1-f)}{3f}$$

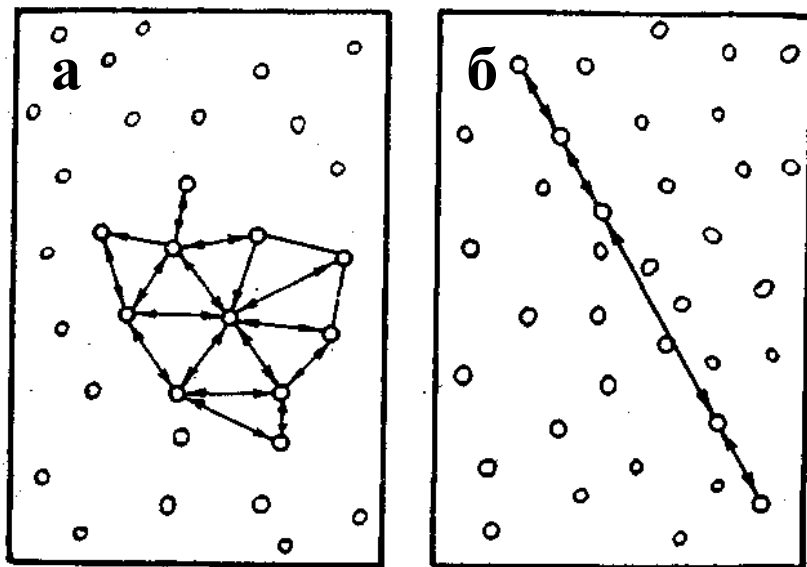


Рис. 2. Схема определения среднего расстояния между поверхностями частиц λ (а) и среднего свободного пробега между частицами σ (б).

В теории упрочнения сплавов более важную роль играет среднее расстояние между ближайшими частицами λ . Именно этот параметр входит практически во все известные теории прочности сплавов, содержащих упрочняющие частицы второй фазы. Поэтому в дальнейшем в качестве характеристики межчастичного расстояния будет использован параметр λ . За межчастичное расстояние беспорядочно распределенных частиц принимается радиус наименьшей окружности, проведенной около одной частицы в произвольной плоскости так, что в пределах, ограниченных этой окружностью, с вероятностью, равной единице, расположена вторая частица. Межчастичное расстояние λ непосредственно на снимках измерить нельзя. Его вычисляют через другие измеряемые параметры по различным методикам.

Величину λ будем определить из соотношений, связывающих этот параметр с объемной долей частиц f и размером частиц d . Между тремя отмеченными характеристиками имеется два типа соотношений:

$$f = \frac{\pi}{6} \left(\frac{\bar{d}}{\lambda} \right)^3 \quad (1)$$

или

$$f = \frac{\pi}{6} \left(\frac{\bar{d}}{\lambda} \right)^2 \quad (2)$$

Уравнение (2), полученное на основе анализа плоской картины изображения структуры, справедливо для оценки механизмов дисперсионного упрочнения сплавов, так как модели этих механизмов основаны на движении дислокаций в плоскости скольжения. Формула (1), полученная в условиях анализа объемной картины строения двухфазных сплавов, дает лучшие результаты при оценке роли дисперсных частиц в развитии процессов рекристаллизации, поскольку в этом случае важно межчастичное расстояние не на плоскости, а в объеме сплава.

При оценке значений λ по формулам (1) и (2) необходимо знать величину объемной доли частиц второй фазы в сплаве. Объемная доля частиц может быть рассчитана путем использования данных химического анализа сплавов. Часто прибегают в этой связи к анализу осадков, выделенных из сплавов химическим путем.

При электронно-микроскопических исследованиях тонких фольг предложена следующая зависимость для определения объемной доли частиц :

$$f(\phi) = \frac{2df_0}{2d + 3t_0},$$

где t_0 — толщина фольги; d — диаметр сферических частиц; f_0 — доля площади фотоснимка, занятая проекциями частиц.

Задание 1

Анализ структуры многофазных материалов методами металлографии

Используя метод сеток, определить число частиц на единице площади N_S и число частиц на единице длины N_L .

Оценить количество сферических частиц в единице объема N_V , объемную долю дисперсных частиц f и радиус частиц r .

Задание 2

Анализ структуры многофазных материалов методами просвечивающей электронной микроскопии

Определить

- 1) число частиц в единице объема исследуемой фольги $N_V(\phi)$;
- 2) среднее расстояние между поверхностями частиц λ ;
- 3) среднюю длину пробега дислокаций между частицами σ .

При определении λ и σ оценить объемную долю частиц $f(\phi)$, используя соотношение:

$$f(\phi) = \frac{2df_0}{2d + 3t_0}$$

Отчет представить в виде:

- 1) рисунков соответственно схеме определения параметров структуры;
- 2) таблицы полученных результатов

Таблица 1

N_L	$\sigma(N_L)$	N_S	$\sigma(N_S)$	N_V	f	$r, \text{ нм}$

Таблица 2

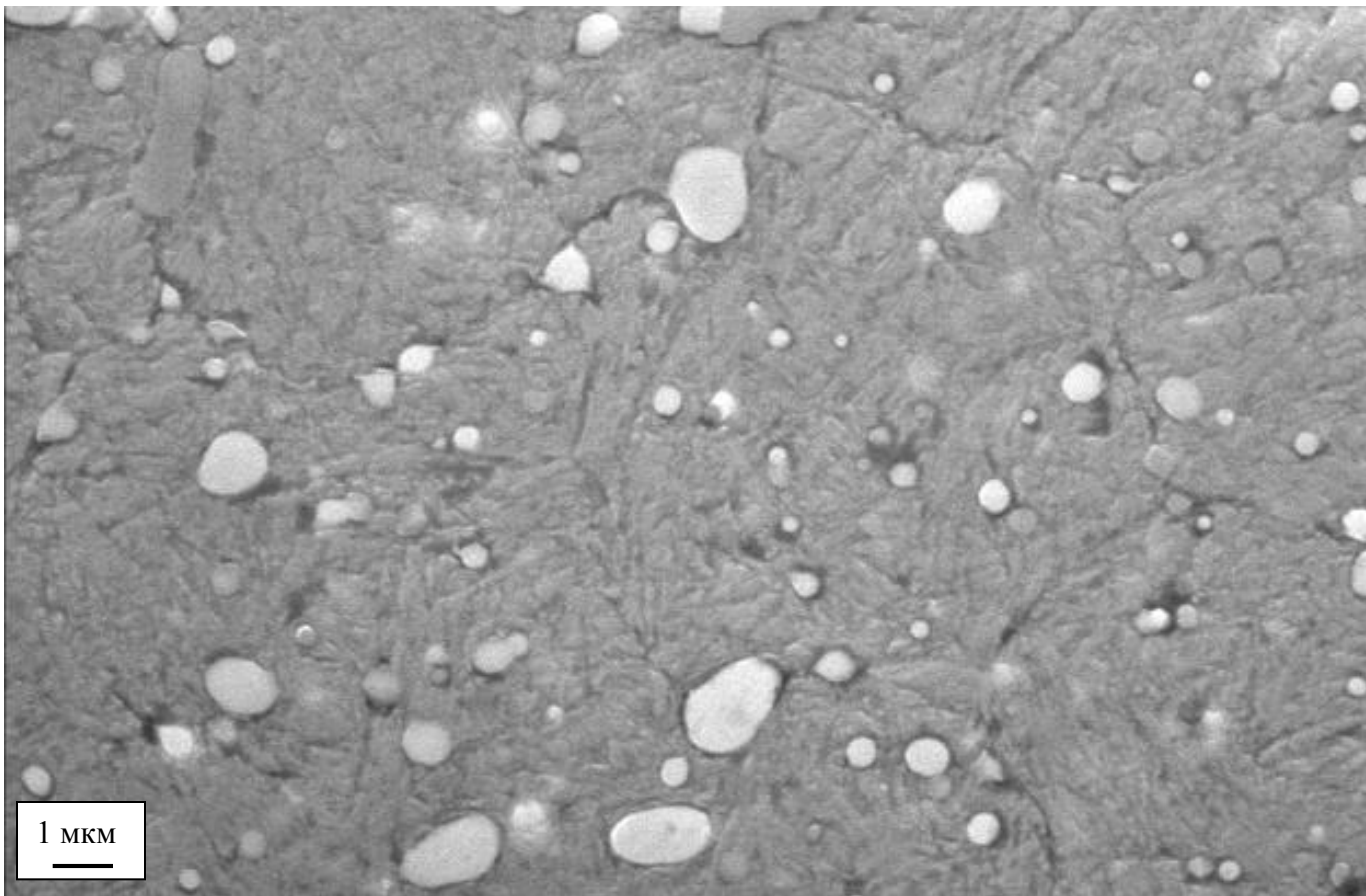
$N_V(\phi)$	$\sigma, \text{ нм}$	$\lambda, \text{ нм}$	$f(\phi)$

Контрольные вопросы

1. Основными параметрами сплавов с частицами второй фазы являются:
2. С чем связано различие размеров частиц, расположенных в объеме зерен, на границам субзерен и зерен?
3. В чем заключается различие в определении параметров частиц при металлографическом и электронно-микроскопическом методах исследования?
4. Что такое «средняя длина свободного пробега» в сплавах с частицами второй фазы?
5. Как определяется среднее расстояние между поверхностями частиц λ ?
6. Как определяется величина среднего свободного пробега между частицами?
7. Как определяется межчастичное расстояние беспорядочно распределенных частиц?

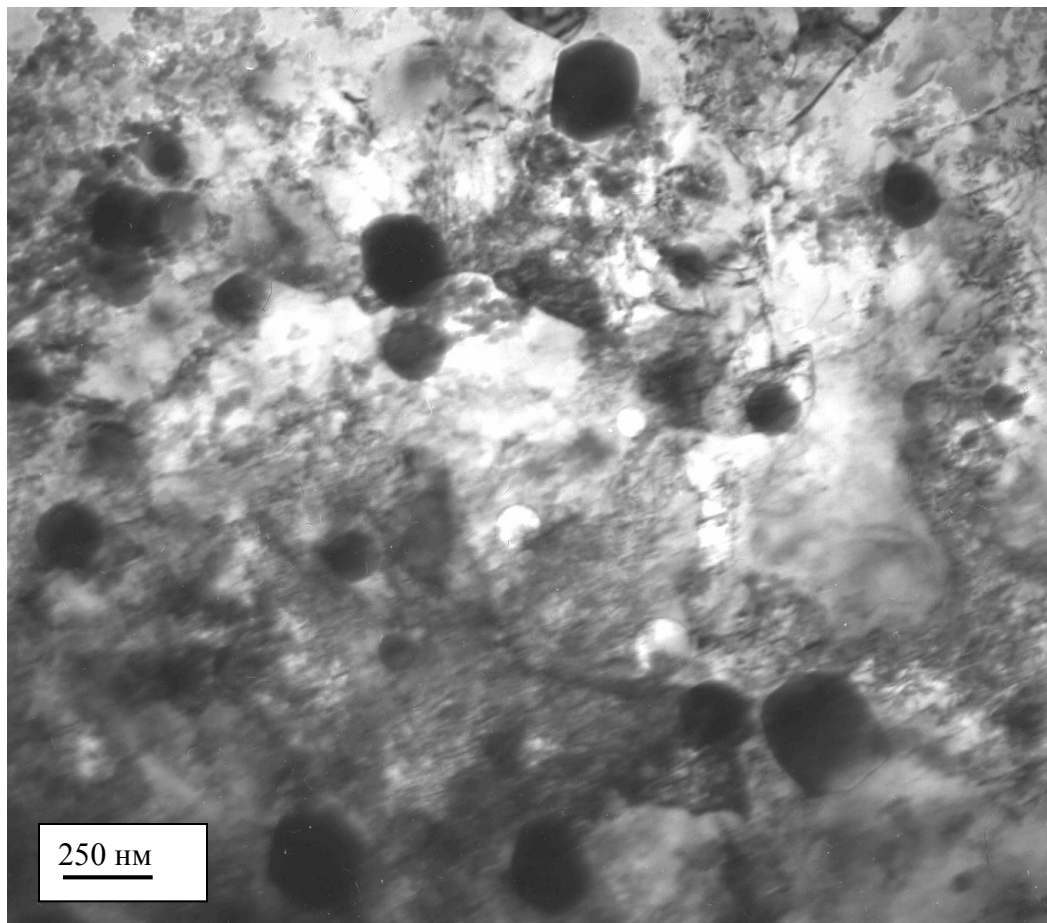
Практическая работа

Вариант 1



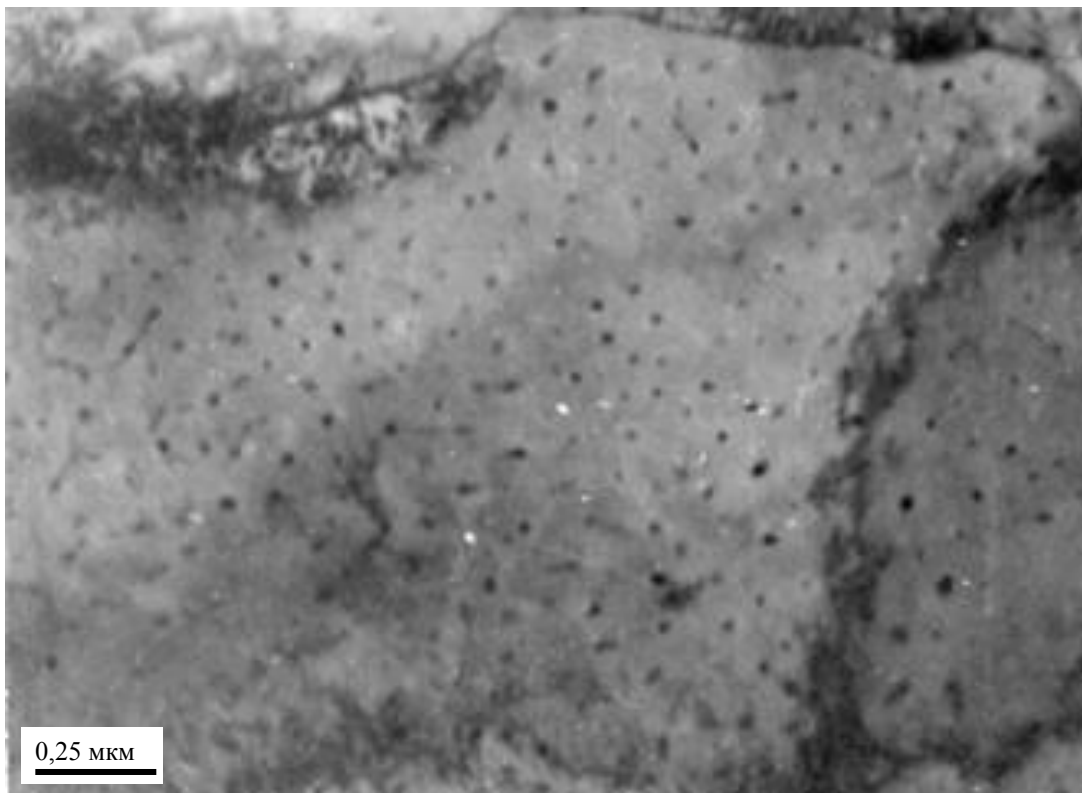
Практическая работа

Вариант 2



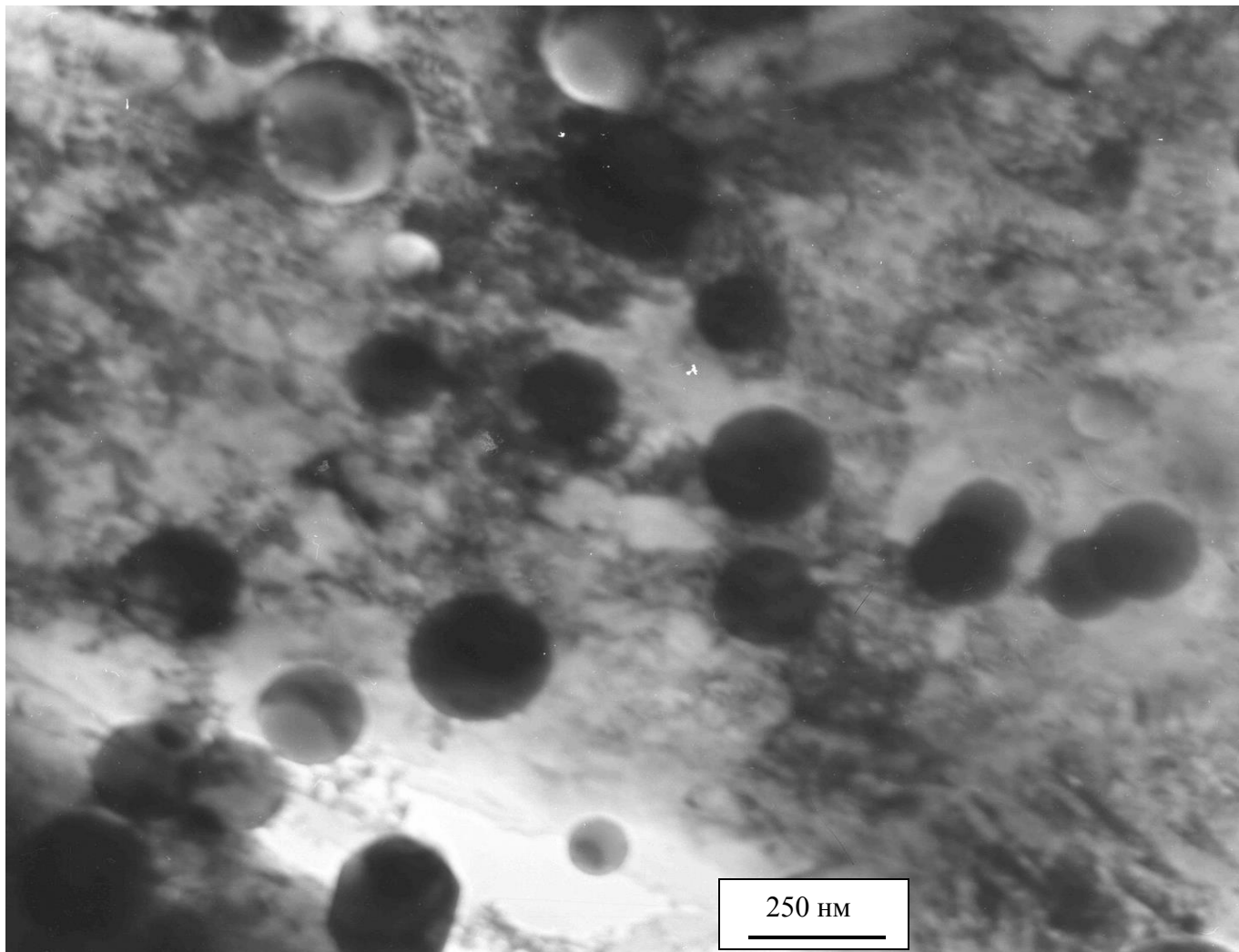
Практическая работа

Вариант 3



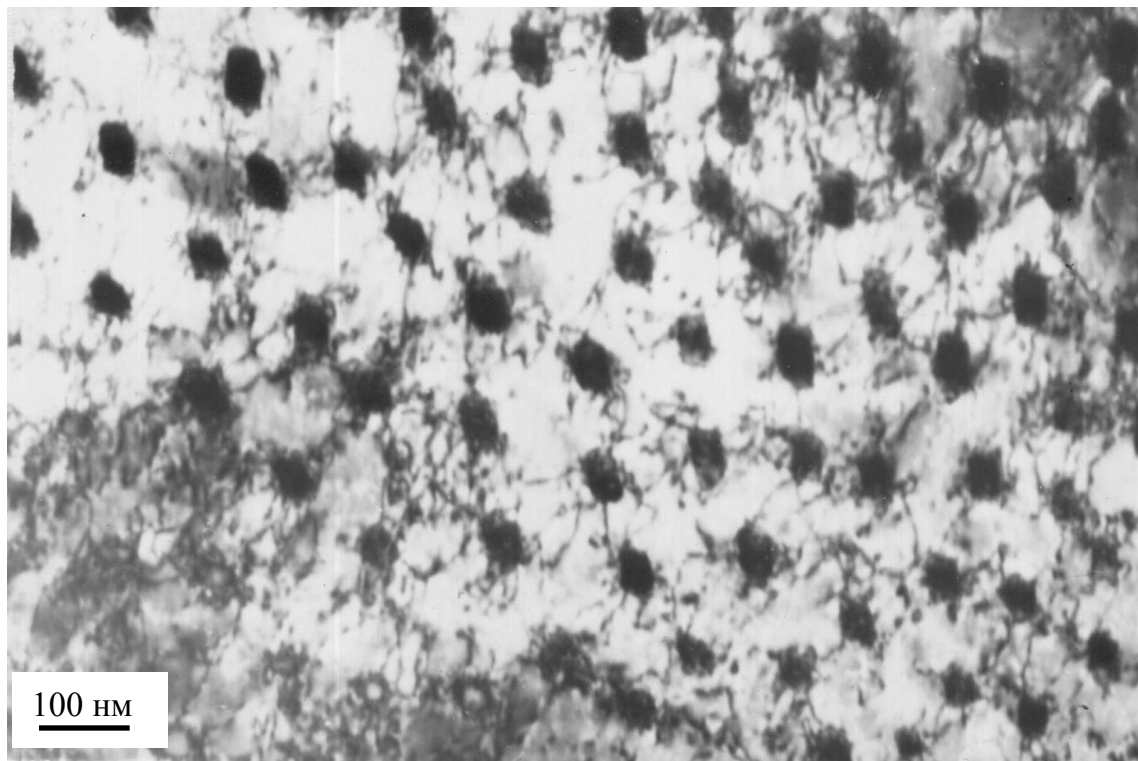
Практическая работа

Вариант 4



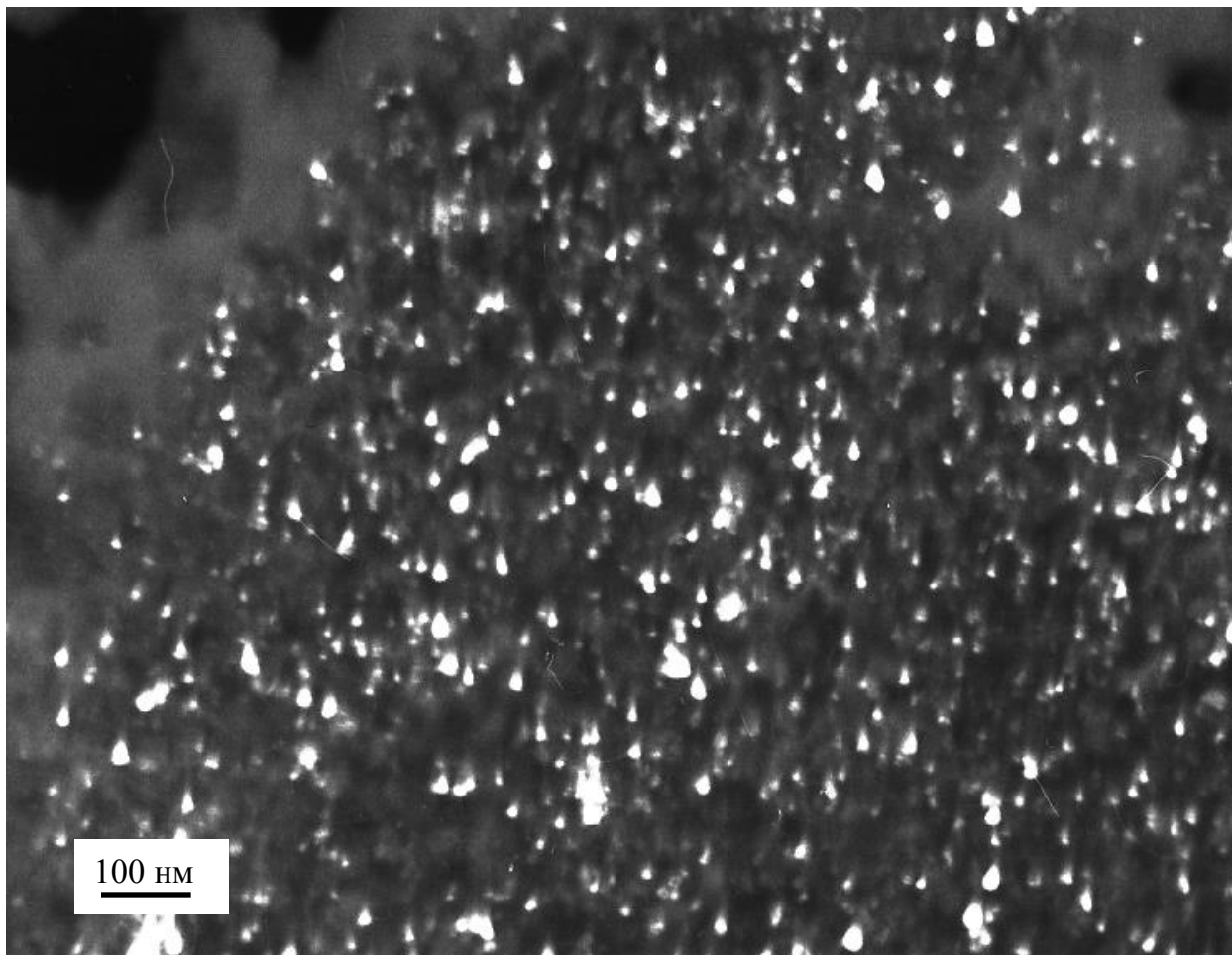
Практическая работа

Вариант 5



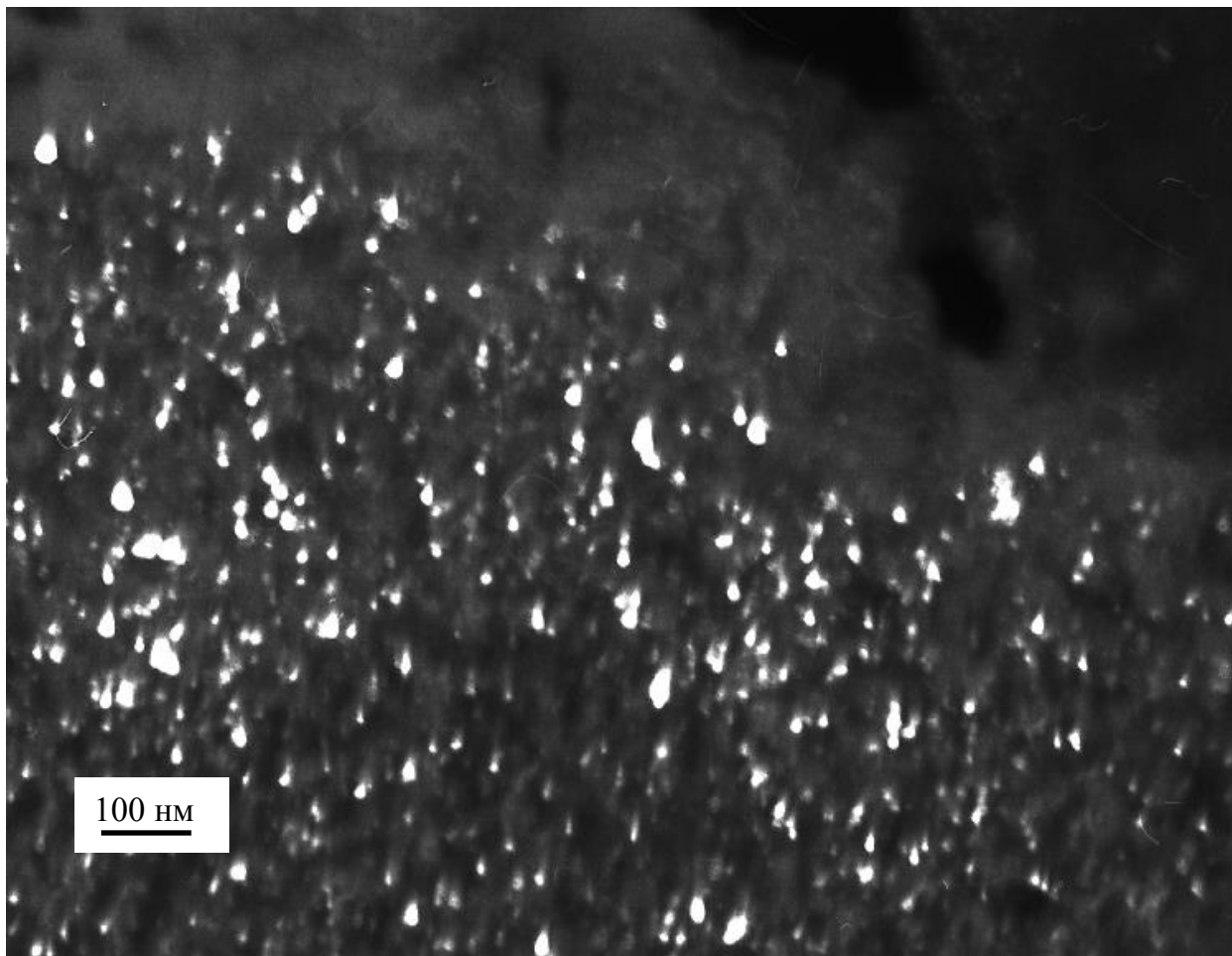
Практическая работа

Вариант 6



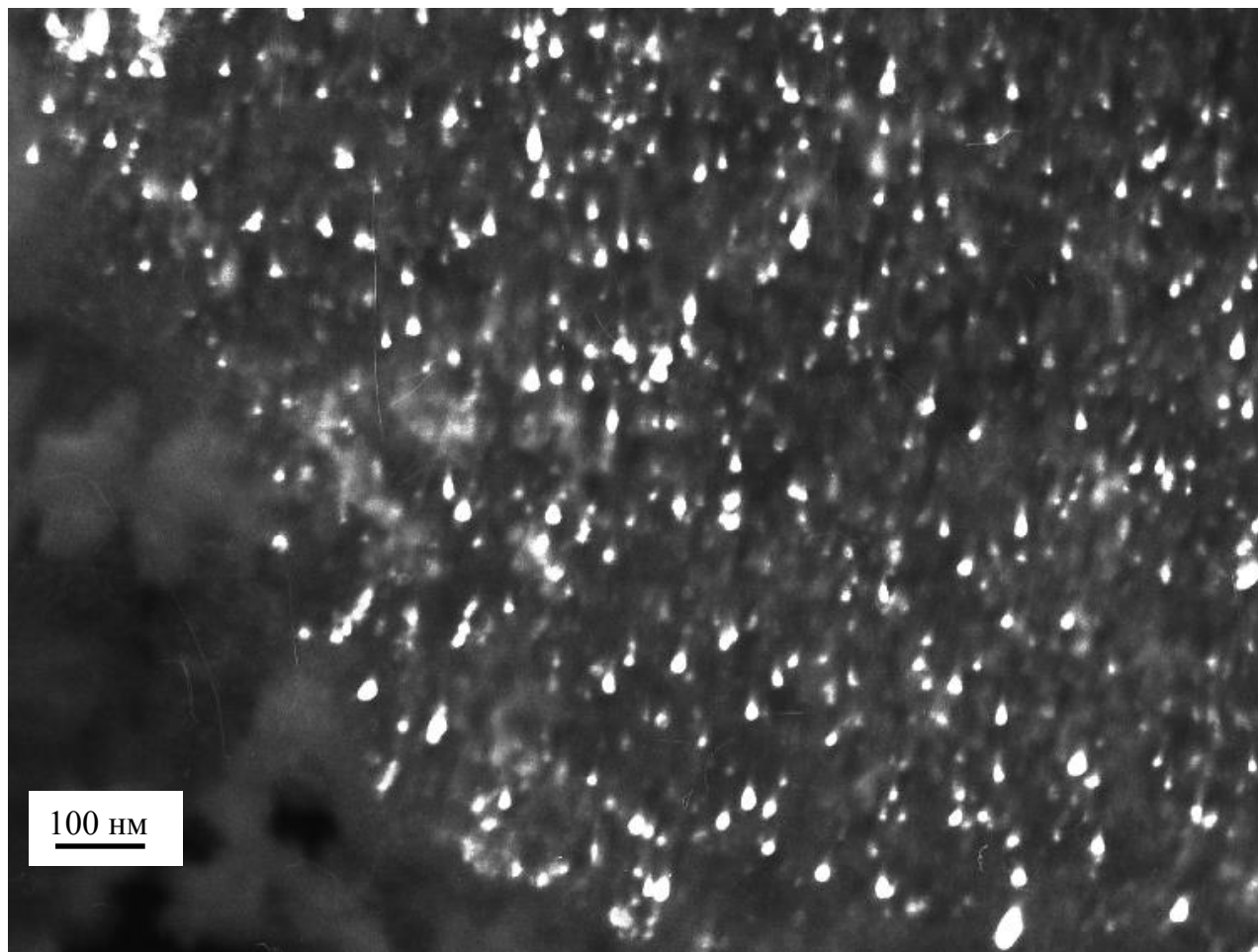
Практическая работа

Вариант 7



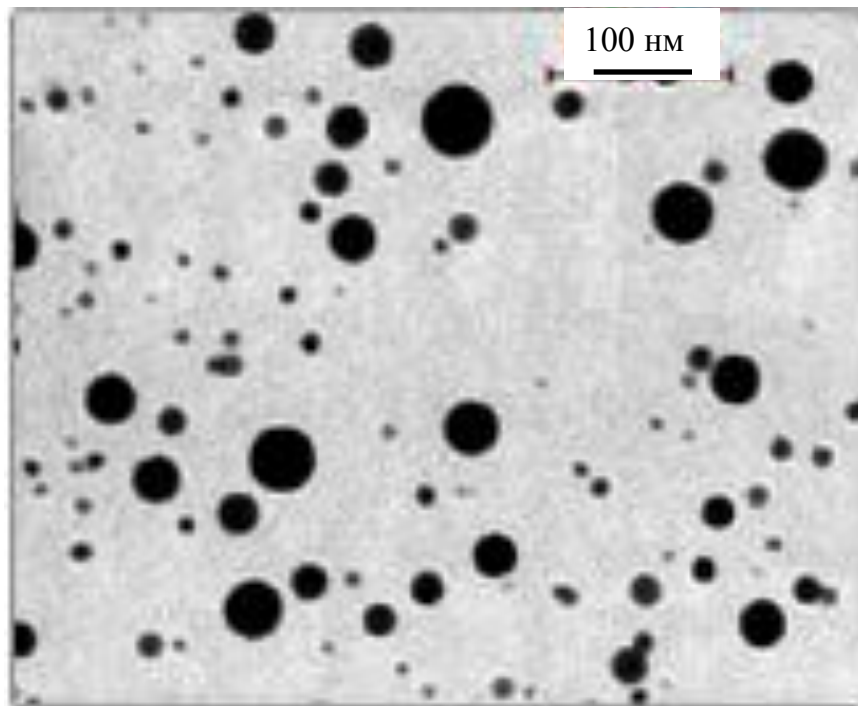
Практическая работа

Вариант 8



Практическая работа

Вариант 9



Практическая работа

Вариант 10

