

УДК 539.24:539.27

## МЕТОД ИЗГОТОВЛЕНИЯ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ШЛИФОВ ДЛЯ ДИФРАКЦИИ ОБРАТНОРАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

© А. В. Завдоев<sup>1,2</sup>, Е. Г. Пашинская<sup>2</sup>, В. Н. Варюхин<sup>2</sup>,  
В. В. Бурховецкий<sup>2</sup>, Е. В. Верцанова<sup>3</sup>, А. А. Максакова<sup>2</sup>

*Статья поступила 26 августа 2014 г.*

Предложен новый метод изготовления металлографических шлифов для проведения экспериментов по дифракции обратнорассеянных электронов (ДОЭ) в камере сканирующего электронного микроскопа. Метод позволяет проводить холодную заливку металлических образцов в токопроводящий наполнитель для последующей подготовки шлифов и электрополировки. Металлический образец заливают композитом, состоящим из самотвердеющей пластмассы «Протокрил-М», порошка карбонильного железа и железных стружек дисперсностью порядка 100 мкм, что обеспечивает достаточную проводимость не только для съемки образца в сканирующем микроскопе, но и для электрополировки. В отличие от самотвердеющих, токопроводящих композитов, требующих нагрева до 150 °С, предложенный композит полимеризуется уже при комнатной температуре.

**Ключевые слова:** металлографические шлифы; дифракция обратнорассеянных электронов; сталь; медь; титан; алюминий.

Изготовление образцов для исследований методом дифракции обратнорассеянных электронов (ДОЭ) с использованием растрового электронного микроскопа (JEOL, JSM-6490LV, Япония) требует ряда мер, предотвращающих искажение результатов. Поскольку дифрагированные электроны вылетают из поверхностного слоя образца толщиной всего 10 нм, подготовка образцов играет решающую роль.

Неровности поверхностного слоя ведут к искажению Кикучи-картины, поэтому образцы должны обладать гладкой поверхностью, для чего поверхностный слой, нарушенный механической обработкой, необходимо сглаживать травлением. При этом травитель в отличие от применяемого при оптическом методе не может быть избирательным, а должен равномерно действовать на весь слой [2]. Материал возле поверхности может быть деформирован или иметь включения. В этом случае формирование Кикучи-картин при ДОЭ также затруднено. Кроме того, следует избегать нагрева материалов, рекристаллизующихся при низких температурах [3].

<sup>1</sup> Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, г. Киев, Украина; e-mail: avzavdoveev@gmail.com

<sup>2</sup> Донецкий физико-технический институт им. А. А. Галкина НАН Украины, г. Киев, Украина.

<sup>3</sup> ТОВ «Мелитэк», г. Киев, Украина.



Рис. 1. Держатель крупногабаритных образцов для ДОО-исследований

Обычно образцы для ДОО-исследований имеют небольшие габариты ( $2 \times 10 \times 10$  мм), обусловленные геометрией держателя. Однако исследовать образцы столь малого размера не всегда удобно, поэтому для анализа массивных образцов ( $10 \times 10 \times 15$  мм) был изготовлен специальный держатель (рис. 1).

Для многих материалов с учетом их индивидуальных особенностей (твердость, травимость, склонность к хрупкому выкрашиванию и др.) могут быть успешно применены стандартные методы подготовки поверхности — порезка, шлифовка, полировка.

На завершающей стадии подготовки проводят финишную полировку образцов с применением силикоколлоидного раствора и активирующих поверхность растворов. Ее можно осуществить, например, на станке LaboPol фирмы Struers, используя сукно MD-Nap и алмазную суспензию дисперсностью 1 мкм. Следует отметить, что финишная полировка с применением коллоидного раствора — достаточно трудоемкий процесс, занимающий длительное время.

Для финишной полировки применяют также ионное полирование [4, 5], позволяющее получать высококачественные картины Кикучи. Его используют в том случае, когда остальные методы не дали желаемого

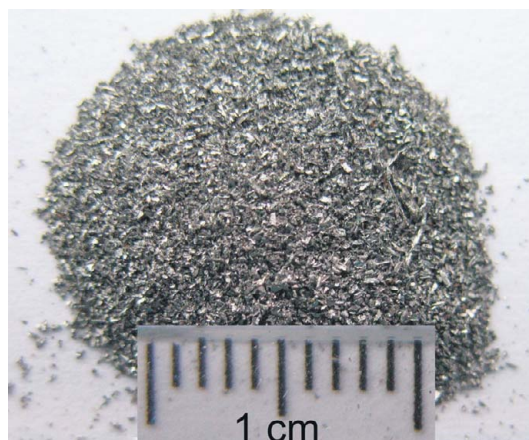


Рис. 2. Наполнитель композита № 6 — железная стружка

го результата. К недостаткам ионного полирования можно отнести длительное время подготовки образцов, которое достигает 10 ч. Кроме того, в работе [5] указано, что после ионной обработки поверхности шлифа необходим низкотемпературный отжиг при  $T = 300 - 600$  °С, что недопустимо для таких материалов, как медь и алюминий.

Поэтому часто прибегают еще к одному виду подготовки образцов, который занимает меньше времени, однако не менее трудоемок, — электролитической полировке с применением различного рода электролитов. При этом перед электрополировкой образец уже должен быть отполирован с применением силикоколлоидного раствора.

Для электролитического полирования обрабатываемую деталь в качестве анода помещают в ванну с электролитом. Вторым электродом служат катоды, изготовленные из материалов, не поддающихся коррозии в электролите (нержавеющая сталь, платина). Благодаря специально подбираемому составу электролита на поверхности образца образуется пленка повышенного сопротивления, вследствие чего растворение проходит неравномерно. В первую очередь растворяются наиболее выступающие участки, что приводит к уменьшению шероховатости и выравниванию поверхности.

Наиболее часто используют так называемый универсальный электролит для полирования деталей из

#### Характеристики опробованных композитов

| № | Основа                                  | Состав, % масс.                                                                                              | Сопротивление, кОм · мм <sup>2</sup> /м |
|---|-----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| 1 | Эпоксидная смола                        | 25 — эпоксидная смола, 75 — карбонильное железо                                                              | $160 \cdot 10^5$                        |
| 2 |                                         | 25 — эпоксидная смола, 75 — графит                                                                           | $46 \cdot 10^5$                         |
| 3 | Протокрил                               | 50 — протокрил, 50 — карбонильное железо                                                                     | $4,6 \cdot 10^5$                        |
| 4 |                                         | 25 — протокрил, 75 — карбонильное железо                                                                     | $6,6 \cdot 10^3$                        |
| 5 |                                         | 20 — протокрил, 80 — карбонильное железо                                                                     | $4 \cdot 10^3$                          |
| 6 |                                         | 20 — протокрил, 80 — карбонильное железо + 1/5 железной стружки (от смеси протокрила с карбонильным железом) | 180                                     |
| 7 | Фенольная смола ConduFast (Struers) [6] |                                                                                                              | 70                                      |

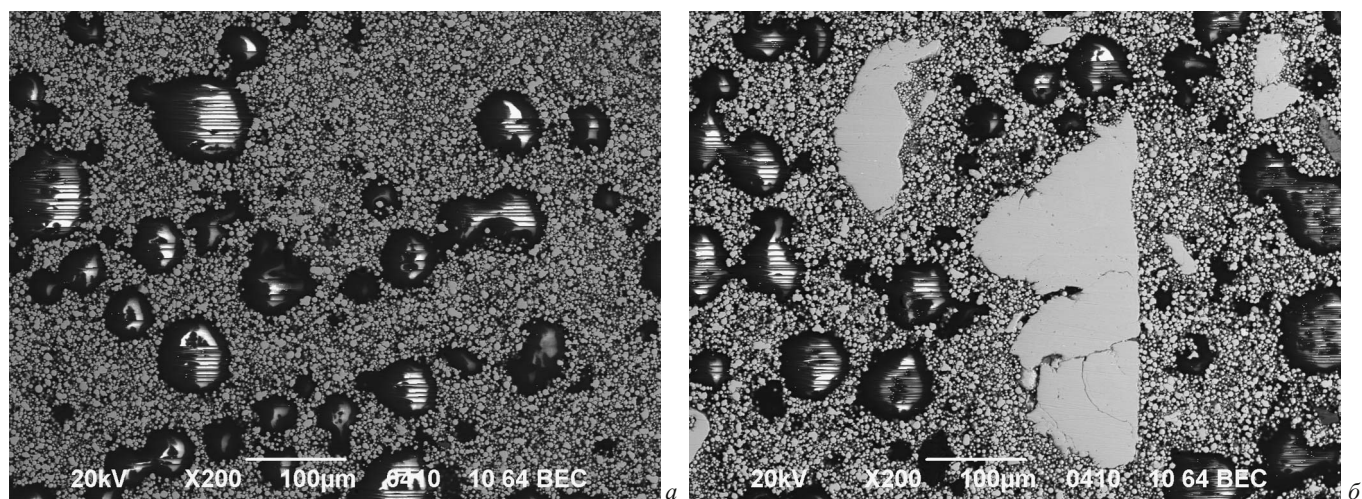


Рис. 3. Микроструктура композитов № 5 (а) и № 6 (б) (светлые пятна на фото справа — железная стружка)

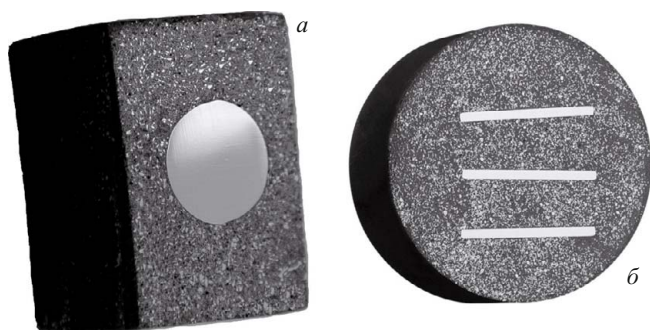


Рис. 4. Образцы в токопроводящих композитах: а — фенольная смола ConduFast; б — ColMER

черных и цветных металлов следующего состава, % масс.: 65 — ортофосфорная кислота, 15 — серная кислота, 6 — хромовый ангидрид, 14 — вода. Режим работы: рабочая температура — 70–90 °С, анодная плотность тока — 0,4–0,8 А/см<sup>2</sup>, напряжение — 6–8 В, выдержка — 5–10 мин [1].

Так как полируемый образец должен быть токопроводящим, то необходимы определенные условия его подготовки. Если удастся вырезать образец под геометрию держателя, то проблем с электрополировкой не возникает. А если образец имеет сложную форму и приготовить плоскопараллельный шлиф не удастся, то его заливают самотвердеющей пластмассой. Однако пластмасса ток не проводит и электрополировка такого образца не возможна. Но разработаны специальные фенольные токопроводящие смолы для горячей запрессовки образцов, например, марки ConduFast компании Struers [6]. Недостаток такой смолы — необходимость запрессовки при температуре 150 °С.

Мы опробовали эпоксидные и фенольные смолы и «Протокрил-М» — состав на основе самотвердеющей пластмассы с наполнителями, позволяющий проводить заливку образцов при комнатной температуре (см. таблицу).

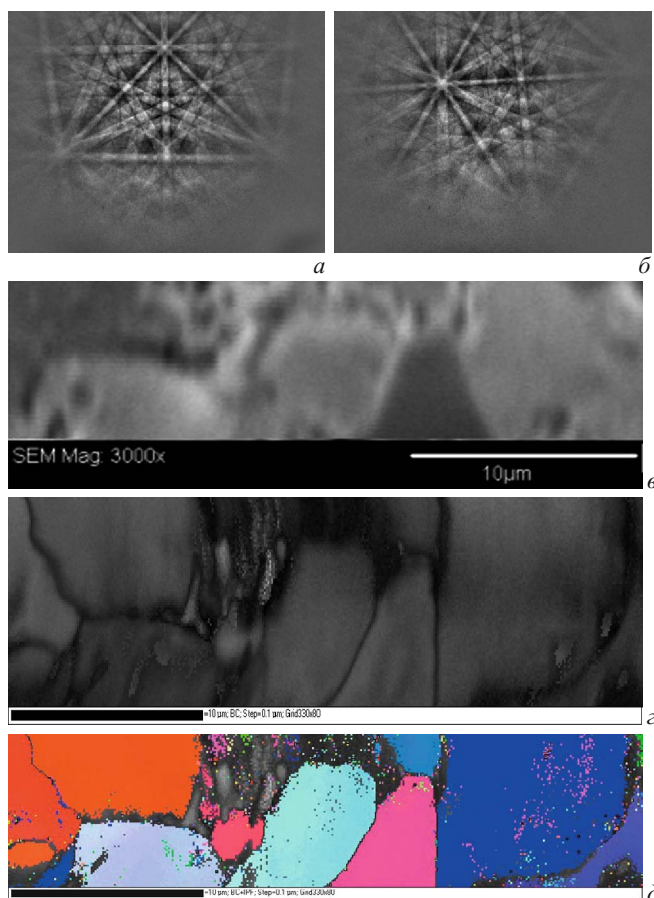
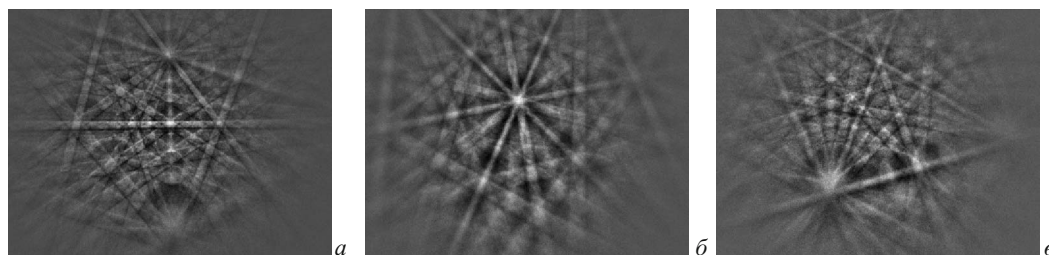


Рис. 5. Результаты ДОО-анализа структуры низкоуглеродистой стали 08Г2С: а, б — Кикучи-картины; в — изображение микроструктуры; г — ДОО-карта контрастов; д — ДОО-карта ориентировок (без обработки)

Из подобранных нами составов (№ 1–6) лучший результат по проводимости тока показал № 6 (см. таблицу) с железной стружкой средним размером около 100 мкм (рис. 2, 3). Отсутствие в качестве наполнителя крупнодисперсной железной стружки обусловило увеличение удельного сопротивления композита на порядки.

**Рис. 6.** Картины Кикучи для алюминия (а), меди (б), титана (в)



При таком большом удельном сопротивлении электрополировка остается возможной (например, композит № 5), но происходит интенсивный разогрев композита, вследствие чего он становится «мягким» и теряет форму. Потеря формы заливки не допустима, так как необходимо сохранение плоскопараллельности граней образца. Композит № 6, имея существенно меньшее сопротивление, меньше разогревается и выдерживает нагрев до температуры 50 °С без потери формы.

Внешний вид образцов в токопроводящих композитах — композите № 6, получившем название ColMER (от англ. Cold Mounting for Electro Polishing), и фенольной смоле ConduFast — представлен на рис. 4.

Результаты применения ColMER для анализа структуры низкоуглеродистой стали 08Г2С методом ДОЭ представлены на рис. 5 (подробнее о картах ДОЭ см. [1]).

Получение контрастных картин Кикучи — ключевая задача в успешном проведении ДОЭ-эксперимента. В нашем случае индицирование составило 80 %, что считается хорошим результатом при ДОЭ-анализе. Процент индицирования означает, какое количество точек при сканировании удалось «решить», т.е. поставить в соответствие данной точке определенное значение ориентировки (индексы Миллера). При «решенном» количестве точек порядка 80 % погрешность определения размеров зерен не превышает 5 %.

Мы также протестировали другие материалы с применением ColMER для приготовления образцов. На рис. 6 представлены Кикучи-картины для меди, алюминия и титана. После электрополировки контрастные картины Кикучи получены на всех трех образцах практически на всем снимаемом поле (см. рис. 6).

Таким образом, композит ColMER может успешно применяться при изготовлении металлографических

шлифов методом электрополировки для ДОЭ-анализа из стали, меди, алюминия и титана.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Варюхин В. Н., Пашинская Е. Г., Завдовеев А. В., Бурховецкий В. В. Возможности метода дифракции обратнорассеянных электронов для анализа структуры деформированных материалов. — Киев: Наукова Думка, 2014. — 104 с.
2. Вассерман Г. Текстуры металлических материалов. — М.: Металлургия, 1969. — 655 с.
3. Sample preparation for EBSD — oxford instruments. [Электронный ресурс]: URL: <http://www.ebsd.com/index.php/ebsd-analysis/ebsd-experimental-techniques/sample-preparation>.
4. Nowell M., Witt R., True B. EBSD Sample Preparation: Techniques, Tips and Tricks / Microsc. Microanal. Vol. 11. Suppl. 2. 2005. P. 504 – 505.
5. Пат. 2009267 РФ. МПК C23C8/00. Способ изготовления металлографических шлифов / Шулов В. А., Ремнев Г. Е., Ночовная Н. А., Полякова И. Г., Лишутин Б. Ю. Заявл. 06.03.1992; опубл. 15.03.1994.
6. ConduFast, Struers [Электронный ресурс]: URL: [https://e-shop.struers.com/DK/EN/products/Mounting/Diamond\\_cut-off\\_wheels/ConduFast\\_1\\_kg\(40100039\).aspx](https://e-shop.struers.com/DK/EN/products/Mounting/Diamond_cut-off_wheels/ConduFast_1_kg(40100039).aspx)

## REFERENCES

1. Varyukhin V. N., Pashinska Y. G., Zavidovcev A. V., Burkhovetskiy V. V. Vozmozhnosti metoda difraktsii obratnorasseyannykh élektronov dlya analiza struktury deformirovannykh materialov [Features back-scattered electron diffraction technique to analyze the structure of deformed materials]. — Kiev: Naukova Dumka, 2014. — 104 p. [in Russian].
2. Vasserman G. Tekstury metallicheskih materialov [Texturen metallischer Werkstoffe]. — Moscow: Metallurgiya, 1969. — 655 p. [in Russian].
3. Sample preparation for EBSD — oxford instruments [on-line]: URL: <http://www.ebsd.com/index.php/ebsd-analysis/ebsd-experimental-techniques/sample-preparation>.
4. Nowell M., Witt R., True B. EBSD Sample Preparation: Techniques, Tips and Tricks / Microsc. Microanal. Vol. 11. Suppl. 2. 2005. P. 504 – 505.
5. RF Pat. 2009267, MPK C23C8/00. Sposob izgotovleniya metallograficheskikh shlifov [The manufacturing process of thin metallographic samples] / Shuvalov V. A., Remnev G. Ye., Nochovnaya N. A., Polyakova I. G., Lishutin B. Y. Appl. 06.03.1992; publ. 15.03.1994.
6. ConduFast, Struers [on-line]: URL: [https://e-shop.struers.com/DK/EN/products/Mounting/Diamond\\_cut-off\\_wheels/ConduFast\\_1\\_kg\(40100039\).aspx](https://e-shop.struers.com/DK/EN/products/Mounting/Diamond_cut-off_wheels/ConduFast_1_kg(40100039).aspx)