

УНИКАЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ КОНФОКАЛЬНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ФИЗИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ

Мерсон Д.Л., Мерсон Е.Д., Данилов В.А.

*Тольяттинский государственный университет,
г. Тольятти, Россия, E-mail: d.merson@tltsu.ru*

При решении ряда задач в области материаловедения часто возникает необходимость получения данных об объекте исследования в трёхмерном объёме (3D). Для решения таких задач идеально подходит, появившийся сравнительно недавно новый класс приборов – конфокальный лазерный сканирующий микроскоп (КЛСМ). В основе данного метода лежит применение специальной конфокальной оптической схемы, позволяющей отсеять внефокусные лучи света и таким образом существенно увеличить контрастность изображения. Применение лазера в качестве источника света совместно с высокоточной системой сканирования поверхности объекта позволяет получать изображения с разрешающей способностью до 120 нм в горизонтальной плоскости XY и до 10 нм вдоль вертикальной оси Z.

Основным преимуществом КЛСМ является возможность получения точных трёхмерных моделей поверхностей исследуемых объектов за счёт перемещения объектива вдоль оси Z. Кроме того, благодаря сканированию объекта лучом лазера не требуется его электрическая проводимость, а отсутствие необходимости в вакуумной системе позволяет снизить требования к чистоте поверхности образца. По сравнению с получившей широкое распространение атомно-силовой микроскопией КЛСМ имеет достаточно большой диапазон сканирования вдоль оси Z, что позволяет исследовать образцы, поверхность которых имеет большие перепады высот.

Наибольшую популярность метод КЛСМ получил в биологических исследованиях, для которых, собственно, он и был изначально разработан. В то же время, его применение в материаловедении менее распространено, не смотря на то, что с помощью КЛСМ можно проводить точные 3D измерения элементов поверхности и в ряде случаев перейти от качественного к количественному анализу объекта исследования. Данная работа предназначена для того чтобы продемонстрировать реализацию метода КЛСМ на конкретных примерах использования прибора LEXT OLS4000 (Olympus).

Применение метода КЛСМ для изучения поверхности изломов

В настоящее время фрактографический анализ чаще всего носит описательный качественный характер и полностью зависит от опыта и навыков исследователя, что негативно сказывается на объективности получаемых данных. В частности, распространённой фрактографической задачей является определение соотношения вязкой и хрупкой составляющих излома. Однако в существующих на сегодняшний день методиках отсутствует какой-либо количественный параметр, описывающий степень вязкости излома. Поэтому исследователи вынуждены оценивать соотношение вязкой и хрупкой составляющих либо по эталонным изображениям, либо путем сравнения макроскопических размеров образца до и после ударных испытаний. Вместе с тем, в качестве меры вязкости излома может быть использована степень развитости поверхности разрушения, численно равная нормализованной или характеристической площади поверхности (S_r), определяемой как отношение полной площади рельефа поверхности излома к площади поперечного сечения.

Исследование двух радикально отличающихся изломов образцов стали 20: (1) преимущественно хрупкого излома, полученного при ударных испытаниях на копре при температуре жидкого азота и (2) вязкого излома, полученного при испытаниях при температуре +150 °C – показало, что параметр S_r равен 3,99 для хрупкого и 4,90 для вязкого – изломов [2]. То есть при переходе от чисто хрупкого к чисто вязкому разрушению величина S_r изменяется более чем на 20%, что свидетельствует о достаточно высокой чувствительности параметра S_r к механизмам разрушения и возможности использования этого параметра для описания степени вязкости излома.

Важную информацию о механизме хрупкого разрушения можно извлечь, измеряя углы между фасетками на поверхности излома. Обычно для этой цели используется достаточно трудоемкий метод стереопар. Применение метода КЛСМ позволяет существенно упростить процедуру получения таких данных и, одновременно, повысить их точность. Ниже приводятся результаты анализа топологии изломов низкоуглеродистой стали марки S235JR, разрушенной по двум различными

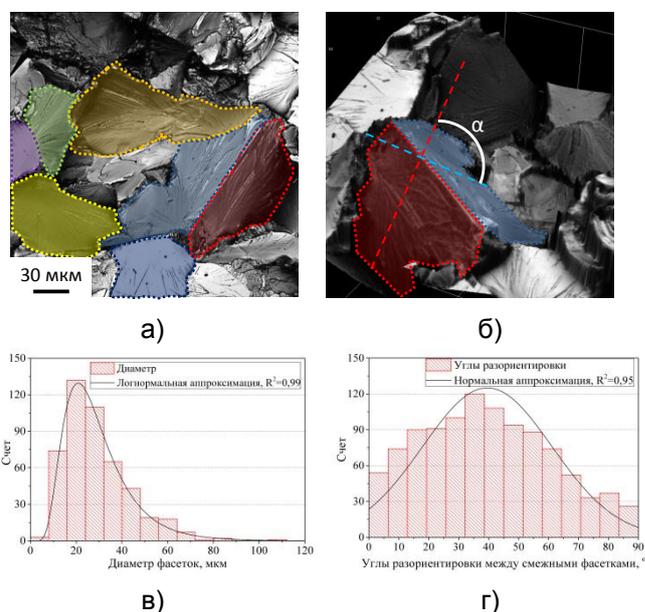


Рисунок 1 – Выделение фасеток (а), определение углов их разориентировки (б) и построение гистограммы распределения углов разориентировки для различных механизмов охрупчивания: в – водородного, г – низкотемпературного

механизмам хрупкого разрушения: в одном случае охрупчивание связано с деформацией при температуре жидкого азота, а в другом – с наводороживанием. При помощи специального программного обеспечения, работающего с изображениями, полученными методом КЛСМ, определяли границы фасеток (рис.1,а) и углы между ними (рис.1,б). В результате проведенной работы было установлено, что средний угол разориентировки фасеток в изломе наводороженной стали оказался в 2 раза ниже, чем у фасеток скола. Кроме того, в первом случае углов разориентировки фасеток были распределены по логнормальному закону, а во втором по нормальному (рис.1,в,г) [3].

Применение метода КЛСМ для оценки коррозионной повреждаемости

При традиционных способах оценки скорости коррозии (по потере веса или импедансным методом) определяется, главным образом, скорость равномерной коррозии, точность которой оставляет желать лучшего. Применение метода КЛСМ позволяет не только повысить точность определения скорости равномерной коррозии, но и одновременно определять скорость локальной. Разработанная методика подразумевает следующие процедуры. Заготовка исследуемого металла (в данном случае магниевый сплав) заливается в эпоксидную смолу с последующим изготовлением шлифа до тонкой полировки. Далее готовый шлиф выдерживается в коррозионной среде (0,9 NaCl) в течение заданного времени (24 часов). В процессе коррозионных испытаний происходит повреждение поверхности исследуемого образца, а заливка остается нетронутой. Таким образом, поверхность заливки можно принять за базовую плоскость, являющуюся точкой отсчета при дальнейшем измерении на КЛСМ объема потерянного металла. Перед измерением с поверхности требуется удалить продукты коррозии соответствующим реактивом, например, по ГОСТ 9.907-2007. После удаления продуктов коррозии проводится панорамная съемка шлифа (рис.2) и вычисляется объем потерянного металла. Зная время выдержки в коррозионной среде, не представляет труда оценить среднюю скорость коррозии, а зная глубину коррозионных язв – скорость локальной коррозии.

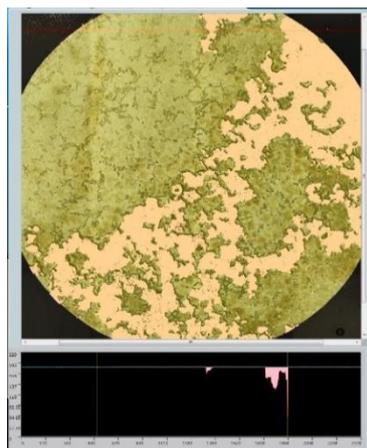


Рисунок 2 – Панорамное изображение поверхности и профилограмма локальных повреждений после удаления продуктов коррозии

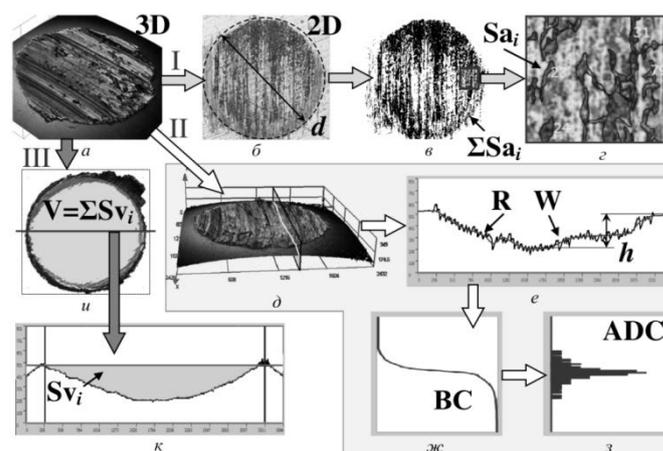


Рисунок 3 – Анализ поверхности разрушения на ЛКСМ после трибологических испытаний. Обозначения, приведенные на рисунке обсуждаются по ходу текста статьи

Применение КЛСМ для оценки результатов трибологических испытаний

Для решения различных трибологических задач наиболее часто определяют: шероховатость (R), волнистость (W) или отклонение формы (линейный износ), относительную опорную кривую профиля (BC), радиус кривизны вершины неровностей, расстояние между выступами и другие геометрические характеристики поверхности трения (рис.3). Все вышеперечисленные данные определяют по профилограмме, которая может быть легко получена с помощью КЛСМ, который оказался незаменим при решении задач, связанных с измерением малого весового износа, когда изменение находится в пределах погрешности весов. В этом случае 3D скан позволяет определить объем потерянного материала, который в зависимости от геометрии объекта исследования будет заключен ниже/выше ограничивающей расчет плоскости (рис.3, u и 3, $к$). Таким образом, применение КЛСМ позволяет расширить информативность трибоиспытаний и совмещает в себе измерительный микроскоп, профилометр и аналитические весы.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 15-19-30025 и РФФИ № 17-08-01033.

Список литературы:

1. Paddock S. W. Principles and practices of laser scanning confocal microscopy //Molecular biotechnology. – 2000. – Т. 16, № 2. – С. 127-149.
2. Мерсон Е.Д., Данилов В.А., Мерсон Д.Л. Количественный анализ изломов при помощи конфокальной лазерной сканирующей микроскопии //Вектор науки Тольяттинского государственного университета. - 2015. -№ 4 (34). -С. 68-75.
3. Merson E., Kudrya A., Trachenko V., Merson D., Danilov V., Vinogradov A. (2016) Quantitative characterization of cleavage and hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture surfaces with the use of confocal laser scanning microscope.