

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ КОНФОКАЛЬНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ФРАКТОГРАФИИ

В.А. Данилов¹, Е.Д. Мерсон¹, Д. Л. Мерсон¹, А. Ю. Виноградов²

*1 - НИИ прогрессивных технологий, Тольяттинский государственный университет,
г. Тольятти, Россия*

*2 - Норвежский технологический университет, г. Тронхейм, Норвегия
MersonED@gmail.com*

1. Введение

Поверхность разрушения несет важную информацию о свойствах материала и, фактически, представляет собой карту наиболее слабых элементов его микроструктуры, которую в дальнейшем можно использовать при разработке способов повышения его прочности. Объективный анализ строения изломов и интерпретация полученных данных зачастую представляется весьма сложной задачей, в том числе, из-за ограничений, присущих, применяемым во фрактографии, методам. В частности, сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) является наиболее распространенным методом для исследования поверхностей разрушения. Изображения, полученные при помощи СЭМ, а также большинства других видов микроскопии, представляют собой проекцию поверхности на плоскость. Анализ таких снимков, в большинстве случаев, носит лишь качественный, описательный характер, поэтому качество результатов фрактографического исследования такого рода сильно зависит от навыков и опыта исследователя. В то же время, поверхность разрушения является 3-х мерным объектом и для корректного и полного количественного ее описания необходима точная информация о 3-х пространственных координатах каждой ее точки. Одним из наиболее перспективных инструментов, позволяющих получить такие сведения, является конфокальная лазерная сканирующая микроскопия (КЛСМ). В настоящей работе рассмотрены возможности данного метода для решения некоторых задач фрактографии, включая оценку вязкости излома и определения углов разориентировки между фасетками.

2. Методика исследования

Для испытаний на одноосное растяжение использовали плоские гладкие образцы низкоуглеродистой стали марки S235JR с размером рабочей части 15x4x2,5 мм, подвергнутые вакуумному отжигу при температурах 850 и 950 °С в течение 30 минут. Механические испытания образцов проводили при помощи универсальной испытательной машины N50KT (ф. Tinius Olsen) на воздухе при комнатной температуре и в жидком азоте с постоянной скоростью движения траверсы 5 мм/мин.

Фрактографическое и металлографическое исследование проводили при помощи СЭМ SIGMA (ф. Zeiss) и КЛСМ Lext OLS4000 (ф. Olympus). Также производили исследование микроструктуры методом анализа картин дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD) при помощи аппаратуры ф. EDAX/TSL, установленной в СЭМ.

Для количественного анализа изломов использовали массивы высот и интенсивностей размером 1024x1024 точки, полученные с помощью КЛСМ с участка поверхности разрушения площадью 128x128 мкм. Для каждого типа образцов было получено не менее 4-х таких массивов с разных участков одинаковой площади. При помощи стандартного программного обеспечения микроскопа были рассчитаны параметры поверхностной шероховатости: S_a – среднеарифметическое значение высоты поверхности и S_q – среднеквадратичное отклонение высоты поверхности, а

также значения характеристической площади поверхности R_s , рассчитываемой как истинная площадь поверхности приведенная к площади снимка.

При помощи специального ПО, разработанного совместно с коллективом НИТУ МИСиС, определяли углы разориентировки фасеток по следующей процедуре: 1) границы фасеток вручную определяли на 2D изображении, 2) программа находила точки выделенного участка в соответствующем массиве высот, 3) найденный участок поверхности аппроксимировался плоскостью, зная коэффициенты уравнения которой можно было найти любые интересующие углы.

3. Результаты

Результаты исследования показали, что при съемке одного и того же участка хрупкого излома фрактографические 2D снимки, полученные при помощи КЛСМ (рис. 1а), по качеству практически не уступают изображениям, полученным с помощью СЭМ. На полученных изображениях четко разрешаются границы фасеток и элементы их строения, например линии речного узора. В то же время качество 2D снимков вязких изломов в случае КЛСМ (рис. 1б) хуже, поскольку границы ямок плохо различимы. Однако при анализе профилей поверхности, как в случае хрупких (рис. 1в), так и в случае вязких изломов (рис. 1г), все характерные элементы, такие как ямки, фасетки линии речного узора хорошо идентифицируются.

В таблице 1 представлены результаты количественного анализа изломов, согласно которым величина параметров шероховатости S_a и S_q , а также характеристической площади поверхности R_s для хрупких изломов меньше, чем для вязких. Причем значения шероховатости также зависят от исходного размера зерна стали, тогда как параметр R_s не чувствителен к размеру зерна при одинаковом типе излома. Для хрупких изломов значения R_s в среднем в два раза меньше, чем для вязких.

Таблица 1 – Механические свойства и количественные характеристики изломов и микроструктуры образцов, отожженных и испытанных при температурах $T_{отж}$ и T .

$T_{отж},$ °C	$d_g,$ мкм	$\alpha_g,$ °	$T,$ °C	$\delta,$ %	$\sigma_B,$ МПа	R_s	$S_a,$ мкм	$S_q,$ мкм	$d_f,$ мкм	$\alpha_f,$ °
850	14±7	40±13	25	44	367	4.2±0.4	11.2±1.1	14.4±1.3	--	--
			-196	10	800	2.1±0.1	5.7±0.7	7.1±0.9	14±5	38±20
950	29±22	39±14	25	45	360	4.7±0.7	13.8±3.5	17.9±4.6	--	--
			-196	7	802	2.2±0.1	9.7±0.9	12.1±1.5	29±15	40±22

Средний размер фасеток скола d_f , определенный по фрактографическим КЛСМ снимкам, хорошо совпадает со средним размером зерна стали d_g , определенным в автоматическом режиме по EBSD картам микроструктуры. Распределения зерен и фасеток по диаметрам, также совпадают и имеют логнормальный вид.

Углы разориентировки между смежными фасетками на поверхности излома α_f и между смежными зернами в микроструктуре α_g также показали близкие средние значения. Однако распределения углов разориентировки имеют совершенно разный вид. Очевидно, это объясняется тем, что углы разориентировки фасеток могут варьироваться в широких пределах от 0 до 90°, поскольку в ОЦК железе фасетки скола, преимущественно образуются вдоль кристаллографических плоскостей {001} [1], в то время как угол разориентировки зерен ограничен значением 62,8° [2].

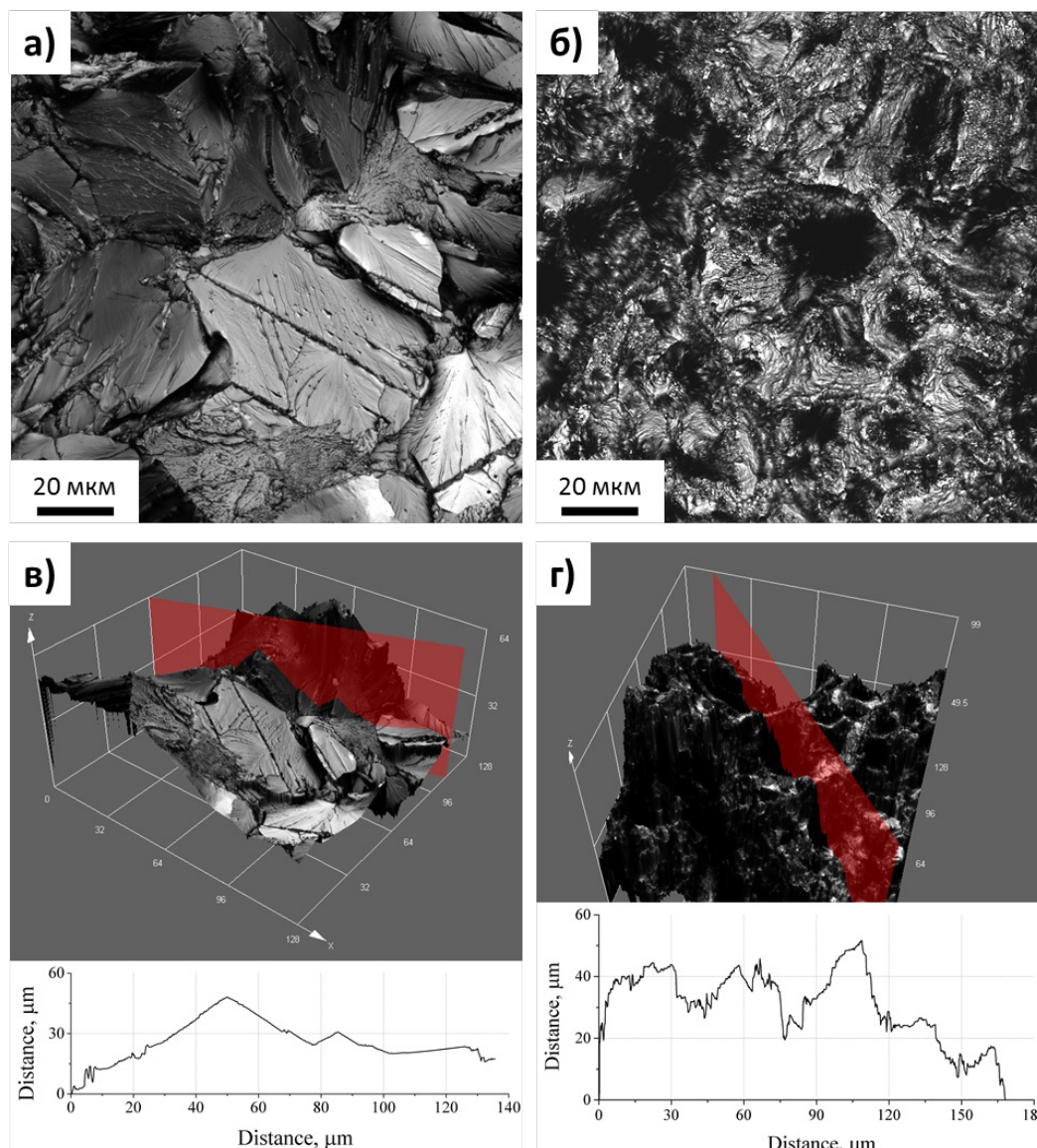


Рисунок 1 – 2D (а, б) и 3D (в, г) снимки хрупких (а, в) и вязких (б, г) изломов, полученные с помощью КЛСМ.

4. Заключение.

В работе показано, что КЛСМ обеспечивает получение точных топографических данных, позволяющих проводить количественное описание рельефа поверхности разрушения. В частности установлено, что в качестве параметра описывающего вязкость излома может быть использована характеристическая площадь поверхности R_s . Кроме того, КЛСМ может применяться для статистического анализа углов разориентировки фасеток. При этом качество фрактографических 2D изображений полученных с помощью КЛСМ в некоторых случаях не уступает СЭМ.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-32-00367)

Список использованных источников:

1. Штремель М.А. Разрушение Книга 2. М.: Изд. Дом МИСиС, 2015. 976 с.
2. Mackenzie J.K. Second Paper on the Statistics Associated with the Random Disorientation of Cubes // Biometrika. 1958. Vol. 45, № 1–2. С. 229–240.