

**Е.В. Верцанова**

ООО «Мелитэк-Украина», Киев

## **ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НА РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ МЕТОДОМ ДИФРАКЦИИ ОТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ**



*Метод дифракции отраженных электронов на растровом электронном микроскопе сегодня применяется в различных областях исследования: в металлообрабатывающей промышленности, аэрокосмической отрасли, атомной, автомобильной, микроэлектронной промышленности и научных исследованиях. При использовании этого метода важным является качество подготовки поверхности образца. Оборудование и методики производителя лабораторного оборудования Struers (Дания) для пробоподготовки помогут исследователю решить эту проблему и обеспечить качественную полированную поверхность образцов. В статье описаны основные этапы пробоподготовки и даны рекомендации по выбору оборудования и режимам его работы.*

*Ключевые слова: пробоподготовка образцов, растровая электронная микроскопия, метод дифракции отраженных электронов.*

Существует множество технологий подготовки образцов к исследованию методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ), и выбор подходящей технологии зависит от материала и структуры образца. К сожалению, нет единой технологии, позволяющей работать со всеми материалами, и для получения приемлемого результата зачастую приходится разрабатывать индивидуальные методики. Технология ДОЭ чувствительна к качеству поверхности. Дифракционный сигнал поступает из глубины приповерхностного слоя не более нескольких нанометров (от 5 до 50 нм) и поэтому важно, чтобы этот верхний слой не был поврежденным и не содержал загрязнений или окислений, что делает подготовку образца критичной для получения корректных данных ДОЭ.

Метод ДОЭ — это технология, в которой для оценки микроструктуры образца на осно-

ве кристаллографического анализа используется растровый электронный микроскоп (РЭМ), оснащенный системой, которая позволяет выполнять комбинированное отображение данных химической и кристаллографической информации на одном изображении. Метод ДОЭ дает информацию о кристаллографической ориентации, позволяет определять и разделять фазы материалов, проводить текстурные измерения, изучение межзеренных границ и измерение деформаций. По этой причине ДОЭ становится все более популярной технологией исследования и измерений. Сегодня метод ДОЭ применяется в различных областях исследования: в металлообрабатывающей промышленности, аэрокосмической отрасли, атомной, автомобильной и микроэлектронной промышленности, в земледелии и т.п.

Из-за широкого разнообразия размеров, форм и физических свойств образцов сплавов на основе железа, подлежащих исследованию при

помощи метода ДОЭ, в процессе подготовки образцов может потребоваться применение различных подходов, таких, как механическая обработка и/или механо-электролитическая. Следовательно, перед началом подготовки важно принять решение о том, как должен выполняться этот процесс.

Нужно ли разрезать образец? Образец следует резать в части, предназначенной для исследования, в правильном направлении, при этом должен быть выбран подходящий режущий круг. Во избежание глубоких деформаций и тепловых повреждений рекомендуется использовать отрезной станок для резки абразивным кругом с охлаждением, такой, как **Secotom-15** (Struers, Дания) (рис. 1). Для разрезания образца на секции подходят подобранные исходя из твердости сплава образца режущие круги на основе  $Al_2O_3$ . Обычно используется режущий круг средней или мягкой твердости. Для сплавов на основе железа со значительным содержанием карбидов рекомендуется использовать режущий круг на основе CBN. Разрезанный элемент промывается водой, этанолом и сушится для предотвращения коррозии.

Если требуется запрессовка, выбирается токопроводящий полимер, подходящий для РЭМ и не образующий электростатического заряда (напр., содержащий графитовый порошок запрессовочный материал PolyFast (Struers, Дания)). Для обеспечения хорошей схватки необходимо обезжирить образец спиртом, потом тщательно и аккуратно высушить его при помощи воздушной сушилки. Размер таблетки с запрессованным в нее образцом должен быть соответствующим для ее использования в автоматическом шлифовально-полировальном станке, но при этом его размеры должны соответствовать размерам камеры РЭМ. Рекомендуемый размер — 25 или 30 мм в диаметре при высоте 5–12 мм. В отличие от обычных рекомендаций по запрессовке (риск раскалывания), образец должен размещаться в таблетке как можно ближе к ее краю для минимизации расстояния между электронным лучом и ка-



Рис. 1. Прецизионный отрезной станок Secotom-15 (Struers, Дания)



Рис. 2. Автоматический шлифовально-полировальный станок Tegramin-30 (Struers, Дания)

мерой РЭМ. Если требуется выполнить подготовку и исследование ДОЭ токонепроводящих образцов, необходимо покрыть их токопроводящей клейкой лентой, а еще лучше — токопроводящим клеем или же покрыть их токопроводящим веществом при помощи напылителя.

Глубина деформации после отрезания поверхностью сплавов на основе железа находится в диапазоне микрометров. В зависимости от твердости металла этот диапазон составляет 100–300 мкм. При шлифовке и полиров-



Рис. 3. Автоматическая установка электролитической полировки LectroPol-5 (Struers, Дания)

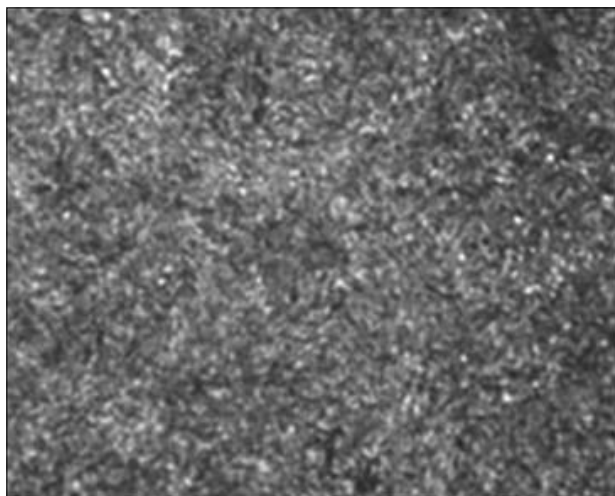


Рис. 4. Мартенсит в инструментальной стали (9CrWMn), протравленной 3 % Nital. Оптический микроскоп. ВФ, увеличение 500X

ке требуется удалить достаточное количество материала, при этом не создав новых деформаций. Наиболее эффективным процессом обработки гомогенных материалов является механическая обработка с последующей электролитической полировкой. Для этих целей рекомендуется автоматический шлифовально-полировальный станок **Tegramin-30** (рис. 2) и автоматическую установку электролитической полировки LectroPol-5 (Struers, Дания).

Для анализа сплавов на основе железа рекомендуется использовать абразивную бумагу на основе карбида кремния для плоского шлифования независимо от твердости образца. После этого следует избегать грубой абразивной бумаги и высокого давления на образец во избежание глубоких деформаций. Как правило, для плоского шлифования следует использовать самую мелкую шлифовальную бумагу относительно площади образца. Чистовое шлифование выполняется при помощи алмазного шлифовального материала на жестком круге, после чего выполняется тщательная алмазная полировка тканью средней мягкости при низком усилии. Окончательная полировка выполняется при помощи коллоидной кремнекислоты (OP-S / OP-U) или окиси алюминия (OP-AA). Время окончательной полировки должно длиться столько, сколько потребуется для достижения удовлетворительных результатов. Следует отметить, что любые деформации, образовавшиеся на первом этапе шлифовки и не удаленные на этапе чистовой шлифовки, оставят

**Методика подготовки сплавов на основе железа для дальнейшего исследования образцов методом ДОЭ**

Этап	PG	FG	DP1	DP2	OP
Поверхность Эмульсия	SiC 320	MD-Largo DiaPro Allergo/ Largo 9 мкм	MD-Dur DiaPro Dur 3 мкм	MD-Nap DiaPro Nap B 1 мкм	MD-Chem OP-S
Смазка	вода				
Об./мин	300	150	150	150	150
Усилие (Н)	30	30	30	10	10
Время (мин)	1	5–10	5–10	5	1–5

следы и не смогут быть удалены на этапе окончательной полировки.

Для получения удовлетворительных результатов рекомендуется использовать автоматический шлифовально-полировальный станок **Tegramin-30** производства (Struers, Дания) и методики, разработанные этой компанией для различных материалов. Методика включает в себя рекомендации по выбору шлифовальных кругов и полировальных тканей, суспензий и лубрикантов, а также порядок, последовательность, режим и время проведения каждой операции для достижения оптимального результата. Методика, которую можно использовать как основу для подготовки сплавов на основе железа для дальнейшего исследования образцов методом ДОЭ приведена в таблице.

Для получения оптимальных результатов подготовки важным этапом является хорошая очистка. После этапа плоской шлифовки шлифовальной бумагой на основе карбида кремния отдельные образцы и плита для образцов промываются и осушаются чистым сжатым воздухом. Во время этапов чистовой шлифовки и алмазной полировки на шлифовальные/полировочные поверхности добавляются алмазы, которые оставляют темные отложения стертого материала на образцах и плите для образцов. В целях очистки отдельные образцы омываются нейтральным моющим веществом, промываются большим количеством воды, а затем этанолом и сушатся чистым сжатым воздухом.

После окончательной полировки коллоидной кремнекислотой или окисью алюминия на полирующую ткань в течение 10–20 с разбрызгивается вода, промывая как образцы, так и ткань. Затем отдельные образцы немедленно моются моющим средством при очень аккуратном протирании обработанной поверхности пальцем, потом тщательно промываются водой, опрыскиваются этанолом и осушаются сильным потоком теплого воздуха.

Электролитическая полировка часто является хорошей альтернативной механической подготовки образцов сплавов на основе желе-

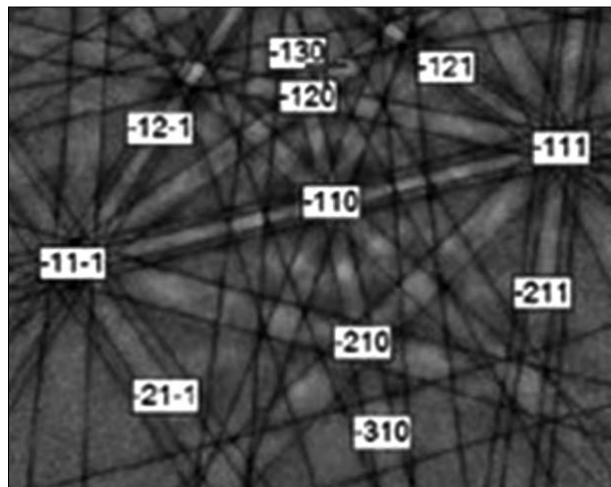


Рис. 5. Изображение EBSP мартенсита в инструментальной стали (9CrWMn), проиндексированное

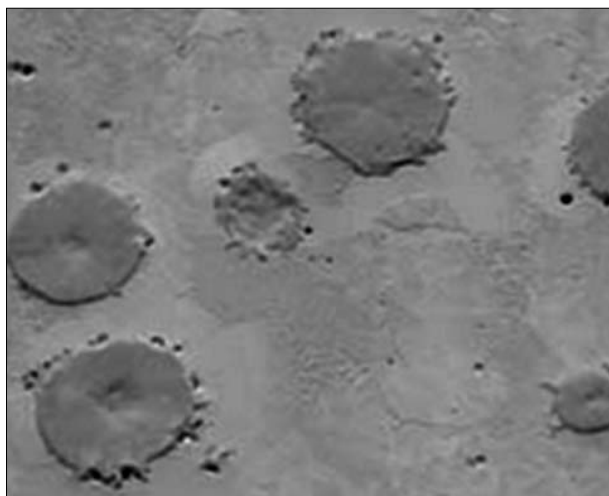
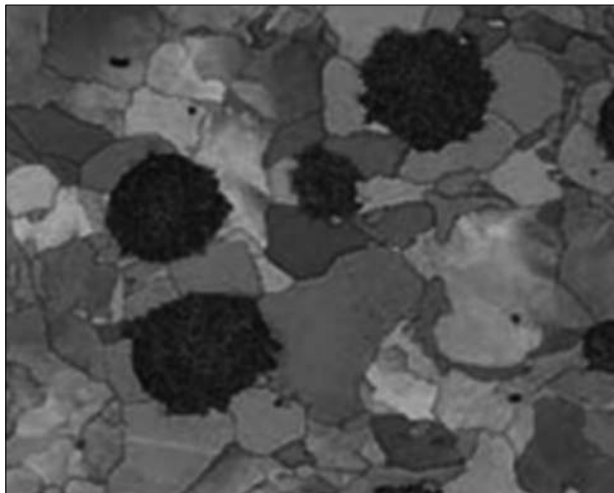


Рис. 6. Изображение чугуна с шаровидным графитом GGG60. Графитовые выделения сохранены. РЭМ увеличение 750X

за, поскольку она быстрая (несколько секунд) и не оставляет механических деформаций. При электролитической полировке происходит удаление материала (анодное растворение) поверхности образца в электролитической ванне, при этом образец выступает в роли анода. Для электролитической полировки требуется, чтобы структура образца была относительно однородной. В случае сплавов на основе железа



**Рис. 7.** Карта ДОЭ чугуна GGG60 (расцветка IPF). Для исследования размеров и ориентации зерна. РЭМ увеличение 750X

с несколькими разными фазами (что означает разные электрохимические потенциалы) одна из фаз будет полироваться в большей степени по сравнению с другой, в результате чего образуется чрезмерная рельефность или повреждение этой фазы. Автоматическая полировочная установка **LectroPol-5** (рис. 3) контролирует большую часть параметров процесса электролиза для конкретного металла, а программное обеспечение регистрирует показатели параметров: напряжения, размеров полируемой области, электролита, температуры электролита, расхода и времени прохождения процесса. Перед проведением электролитической полировки требуется предварительная обработка полируемой поверхности. Сначала образец шлифуется абразивной бумагой на основе карбида кремния, например 320#, 500# и 1000# (по 1 мин каждой бумагой). Меньшая рельефность и лучшая плоскость могут быть получены при механической полировке образца до этапа 3 мкм по основной процедуре обработки.

Примеры подготовленной поверхности различных материалов и результаты ДОЭ-исследований приведены на рис. 4–7.

Итак, основные рекомендации по подготовке образцов для исследования методом ДОЭ:

- 1) выберите соответствующий режущий круг, чтобы свести к минимуму образование структурных повреждений;
- 2) следуйте соответствующей процедуре запрессовки образца;
- 3) выберите правильный процесс механической подготовки (с использованием неупругих обрабатывающих поверхностей и малого времени полировки);
- 4) используйте электролитическую полировку;
- 5) обеспечьте тщательную очистку и защиту подготовленных поверхностей.

*О.В. Верцанова*

#### ПІДГОТОВКА ЗРАЗКІВ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ НА ОСНОВІ ЗАЛІЗА ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ НА РАСТРОВОМУ ЕЛЕКТРОННОМУ МІКРОСКОПІ МЕТОДОМ ДИФРАКЦІЇ ВІДБИТИХ ЕЛЕКТРОНІВ

Метод дифракції відбитих електронів на растровому електронному мікроскопі сьогодні застосовується в різних областях дослідження: в металообробній промисловості, аерокосмічній галузі, атомній, автомобільній, мікроелектронній промисловості та наукових експериментах. При застосуванні цього методу важливою є якість підготовки поверхні зразка. Обладнання та методики виробника лабораторного обладнання Struers (Данія) допоможуть досліднику вирішити цю проблему і забезпечити якісну поліровку поверхню зразків. У статті описані основні етапи пробопідготовки і наведені рекомендації по вибору устаткування і режими його роботи.

*Ключові слова:* пробопідготовка зразків, растрова електронна мікроскопія, метод дифракції відбитих електронів.

*O.V. Vertsanova*

#### PREPARATION OF SAMPLES OF METALS AND ALLOYS BASED ON IRON FOR RESEARCH WITH EBSD IN A SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

Today, method of EBSD in a scanning electron microscope is used in various areas of research: in the metal, aerospace, nuclear, automotive industry, microelectronics, basic science. The quality of the sample surface is very essential for the method application. Equipment and methods of preparation from manufacturer of laboratory equipment Struers (Denmark) help to solve this problem and provide quality of sample polished surface. The paper describes main stages of sample preparation and gives recommendations on the choice of equipment and its operation modes.

*Key words:* sample preparation, scanning electron microscopy, EBSD-method.

Стаття надійшла до редакції 24.12.12