

МЕХАНІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ

**Кафедра матеріалів та технології виготовлення виробів
транспортного призначення**

**ВИЗНАЧЕННЯ ЯКОСТІ ОБРОБЛЮВАНОЇ
ПОВЕРХНІ**

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

**до виконання лабораторної роботи з дисципліни
“НОВІ МАТЕРІАЛИ , ТЕХНОЛОГІЇ ВИГОТОВЛЕННЯ
ТА ВІДНОВЛЕННЯ ДЕТАЛЕЙ”**

Харків – 2014

Методичні вказівки розглянуто та рекомендовано до друку на засіданні кафедри матеріалів та технології виготовлення виробів транспортного призначення 27 лютого 2012 р., протокол № 28.

Рекомендуються для студентів механічного факультету всіх форм навчання.

Укладачі:

професори Е.С. Геворкян,
Л.А. Тимофєєва,
асп. О.М. Мельник

Рецензент

проф. Є.А. Фролов

ВИЗНАЧЕННЯ ЯКОСТІ ОБРОБЛЮВАНОЇ ПОВЕРХНІ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторної роботи з дисципліни
*“НОВІ МАТЕРІАЛИ, ТЕХНОЛОГІЇ ВИГОТОВЛЕННЯ
ТА ВІДНОВЛЕННЯ ДЕТАЛЕЙ”*

Відповідальний за випуск Тимофєєва Л.А.

Редактор Еткало О.О.

Підписано до друку 26.04.12 р.

Формат паперу 60x84 1/16. Папір писальний.

Умовн.-друк.арк. 0,5. Тираж 50. Замовлення №

Видавець та виготовлювач Українська державна академія залізничного транспорту,
61050, Харків-50, майдан Фейєрбаха, 7.

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 2874 від 12.06.2007 р.

**УКРАЇНСЬКА ДЕРЖАВНА АКАДЕМІЯ
ЗАЛІЗНИЧНОГО ТРАНСПОРТУ**

**Кафедра «Матеріали та технологія виготовлення виробів
транспортного призначення»**

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

**до лабораторної роботи
„ВИЗНАЧЕННЯ ЯКОСТІ ОБРОБЛЮВАНОЇ ПОВЕРХНІ”
з дисципліни**

**«НОВІ МАТЕРІАЛИ , ТЕХНОЛОГІЇ ВИГОТОВЛЕННЯ ТА
ВІДНОВЛЕННЯ ДЕТАЛЕЙ»**

Харків – 2012

Методичні вказівки розглянуто та рекомендовано до друку на засіданні кафедри МТВ 27 лютого 2012 р., протокол №28.

Рекомендуються для студентів механічного факультету всіх форм навчання.

Укладачі:

професори Е.С. Геворкян,

Л.А. Тимофєєва,

асп. О.М. Мельник

Рецензент

проф. С.А.Фролов

МЕТА РОБОТИ:

- ознайомлення з фізичною суттю і можливостями сучасних структурних методів контролю якості обробленої поверхні - оптичною та електронною мікроскопією;
- ознайомлення з оптичними схемами і пристроєм оптичного мікроскопа, електронного просвічуючого та растрового мікроскопів;
- вивчення основних характеристик методів оптичної та електронної мікроскопії;
- вибір методу дослідження поверхневого шару матеріалу;
- вибір об'єктів для контролю стану поверхневого шару;
- проведення мікроаналізу досліджуваних зразків.

1 ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Надійність і довговічність більшості відповідальних деталей машин визначається насамперед якістю їх поверхні, під якими розуміють стан поверхневого шару як результат впливу одного або декількох послідовно застосовуваних технологічних методів. Серед факторів, що визначають якість поверхні, найважливіша роль належить структурному стану. До параметрів структурно-фазового стану поверхневого шару належать: мікро-і субмікрорельєф, фазовий склад, розмір і форма зерен, будова міжфазних кордонів, наявність, склад і характер розподілу включень: дефектність кристалічної будови.

Для аналізу структури матеріалів застосовуються різні експериментальні методи, серед яких найбільш поширені оптична та електронна мікроскопія.

1.1 Оптична мікроскопія

Оптичний мікроскоп дає збільшені, чіткі і контрастні зображення елементів мікроструктури об'єктів. Можливість отримання таких зображень визначається властивостями світла й оптичними властивостями досліджуваних об'єктів.

Оптична мікроскопія призначена для проведення мікроаналізу матеріалів. За допомогою мікроаналізу визначають:

1) форму і розмір кристалічних зерен, з яких складається метал або сплав;

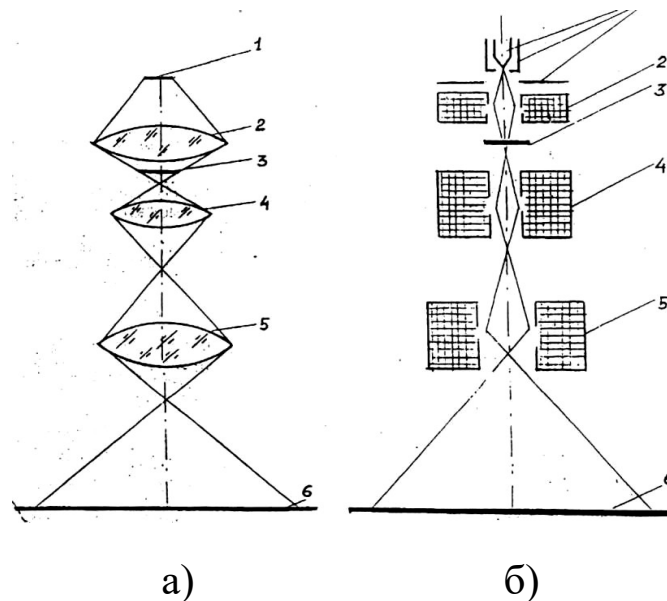
2) зміну внутрішньої будови сплаву, що відбувається під впливом різних режимів термічної і хіміко-термічної обробки, а також після механічного впливу;

3) дефекти металу – мікротріщини, раковини і т.п.;

4) неметалеві включення – сульфіди, оксиди тощо.

Мікроскопічний аналіз включає приготування мікрошліфів шліфуванням з подальшим поліруванням і травленням.

Оптичний металографічний мікроскоп складається з оптичної системи (об'єтив, окуляр, дзеркала, призми), освітлювальної системи (джерело світла, система лінз, світлофільтри і діафрагми), фотоапаратури (фотокамера, фотопластинки), механічної системи (штатив, тубус, предметний столик). Принципова оптична схема просвічуючого мікроскопа наведена на рисунку 1,а.



а – оптичний мікроскоп: 1 – джерело освітлення; 2 – конденсаторна лінза; 3 – об'єкт; 4 – об'єктив; 5 – окуляр; 6 – зображення;

б – просвічуючий електронний мікроскоп: 1 – електронна пушка; 2 – блок конденсорних електромагнітних лінз; 3 – об'єкт; 4 – об'єктивна лінза;

5 – проміжна та проекційна лінзи; 6 – зображення на екрані

Рисунок 1 – Принципова схема оптичного та електронного просвічуючого мікроскопів

Об'єкт 3 освітлюється штучним світлом від джерела освітлення – електричної лампи 1 за допомогою конденсорної лінзи 2.

Об'єктив 4 і окуляр 5 створюють збільшене зображення 6 об'єкта 3 на екрані або фотопластині.

До основних характеристик оптичної системи просвічуючого мікроскопа належать: роздільна здатність, збільшення, глибина різкості.

Роздільна здатність, або граничне збільшення, є основним робочим параметром оптичних приладів. Роздільна здатність – це величина, зворотна тій найменшій відстані, на якій два сусідні елементи структури ще можуть сприйматися як роздільні. Роздільна здатність ока людини – 0,1 - 0,2 мм. Роздільна здатність оптичної системи d визначається перш за все довжиною хвилі використовуваного випромінювання, мкм:

$$d = \frac{\lambda}{n \cdot \sin \alpha}, \quad (1)$$

де λ – довжина хвилі використовуваного випромінювання, для світла $\lambda = 0,4-0,8$ мкм;

n – показник заломлення середовища, для повітря $n = 1$;

α – кутова апертура об'єктива, $\alpha_{\max} = 70^\circ$.

Таким чином, для просвічуючого мікроскопа $d = 0,1-0,2$ мкм, тобто роздільна здатність просвічуючого мікроскопа в 10^3 разів перевищує роздільну здатність людського ока.

Оскільки для збільшення об'єкта в оптичному мікроскопі служать об'єктив і окуляр, загальне збільшення мікроскопа M визначається добутком збільшення об'єктива $M_{об}$ на збільшення окуляра $M_{ок}$:

$$M = M_{об} \cdot M_{ок}, \quad (2)$$

Зазвичай об'єктиви мають збільшення від 6,3 до 100, а окуляри – від 7 до 20. Тому загальне збільшення лежить у межах від 44 до 2000.

Під корисним збільшенням оптичного мікроскопа M_k розуміють збільшення, при якому помітні всі елементи структури об'єкта, що визначається мікроскопом. Зазвичай $M_k = 500-1000$. При збільшеннях $M > M_k$ не виявляються жодні нові деталі структури об'єкта.

Глибина різкості – це найбільша відстань між двома точками об'єкта, які лежать у різній площині, зображення яких до-

статньо різке. Глибина різкості h оптичного мікроскопа визначається співвідношенням, мкм:

$$h = \frac{0,2n}{AM}, \quad (3)$$

де 0,2 – роздільна відстань для ока спостерігача, мм;

n – показник заломлення середовища;

A – числова апертура об'єктива, $A = \frac{n \sin \alpha}{2}$;

M – загальне збільшення мікроскопа.

Глибина різкості для світлової оптики $h = 0,2 - 0,4$ мкм.

1.2 Електронна мікроскопія

Оптична мікроскопія має межу роздільної здатності, яка перш за все визначається довжиною хвилі світлового випромінювання (див. формулу (1)). Тому для подальшого проникнення вглиб матеріалу та аналізу його структури на більш тонкому рівні, тобто для отримання більш високої роздільної здатності, необхідні джерела з довжиною хвилі меншою, ніж світло.

Як таке випромінювання можуть бути застосовані пучки заряджених часток – електронів, оскільки їх рух може бути описаний як хвильовий процес з $\lambda = 0,05A^\circ$, що в 10^5 разів менше відповідного параметра світлового випромінювання.

Незважаючи на аналогію в ході променів (рисунок 1) механізми формування зображення в оптичному та електронному мікроскопі принципово відрізняються.

В електронному мікроскопі утворення контрасту зображення обумовлено розсіянням електронів у результаті складної взаємодії з атомами речовини, що не дає змоги трактувати електромікроскопічне зображення як прямий знімок об'єкта. Для правильного розшифрування необхідні знання природи процесів, що відбуваються при взаємодії з речовиною. Причому електромікроскопічному дослідженню повинно передувати вивчення структури за допомогою оптичної мікроскопії для отримання об'єктивної інтегральної інформації.

2.2.1 Просвічуюча електронна мікроскопія

Просвічуюча електронна мікроскопія оснований на формуванні збільшеного зображення об'єкта потоком електронів, що проходять крізь об'єкт.

Принципова схема просвічуючого електронного мікроскопа (ПЕМ) наведена на рисунку 1, б.

Електронний мікроскоп складається з освітлювальної системи (електронної пушки), оптичної системи (блока електромагнітних лінз, призначених для зміни траєкторії руху та фокусування електронів), системи фотореєстрації зображення (флуоресціюючого екрана та фотомагазину з фотопластинками), системи електроживлення та вакуумної системи.

Електронна пушка **1** є джерелом електронів, які прискорюють напруження U , що складає від 50 до 150 кВ (і навіть до 5 МВ у сучасних надвисоковольтних мікроскопах). За допомогою блока конденсорних електромагнітних лінз **2** потік електронів фокусується на об'єкті **3** у пляму діаметром від 1 до 20 мкм. Частина електронів, що пройшли крізь об'єкт, фокусується за допомогою електромагнітних лінз **4, 5** на флуоресціюючий екран **6**, який світиться під дією електронів.

Товщина об'єктів, які можна «просвітити» електронним пучком, визначається прискоренням напруження U і змінюється від $10\text{-}1000 \text{ \AA}$ ($U = 100\text{-}150 \text{ кВ}$) до 10 мкм ($U = 0,3\text{-}5 \text{ МВ}$).

Основні характеристики електромікроскопічного зображення: роздільна здатність, збільшення, глибина різкості.

Згідно з формулою (1), межа роздільної здатності d оптичної системи визначається переважно довжиною хвилі випромінювання. Що використовується. З урахуванням цього за параметром межі роздільної здатності електронний мікроскоп істотно перевершує оптичний. У ПЕМ межа роздільної здатності d складає $2\text{-}8 \text{ \AA}$.

Загальне збільшення ПЕМ дорівнює добутку збільшення всіх лінз і складає 2000-500000 разів.

Глибина різкості h у просвічуючому електронному мікроскопі не є величиною постійною, визначається умовами зйомки та перш за все межами роздільної здатності ($h \approx d$). Наприклад, при $d = 100 \text{ \AA}$, $h = 4 \text{ мкм}$, тобто в багато разів перевершує аналогічний параметр в опти-

чній мікроскопії (див. пункт 1.1). При $d=10 \text{ \AA}$ глибина різкості в ПЕМ складає 0,4 мкм.

У просвічуючій електронній мікроскопії існує декілька методик дослідження, що відрізняються способом підготовки об'єктів і характером інформації, що одержується.

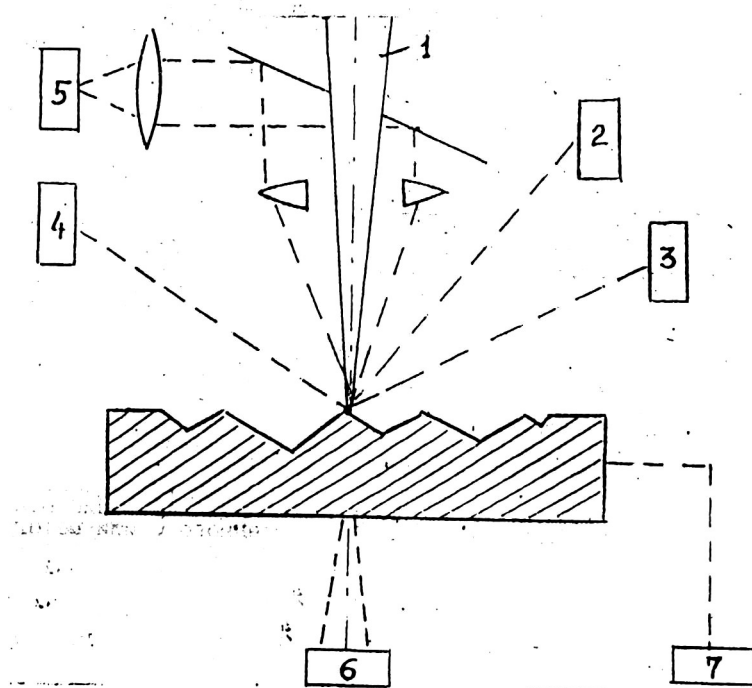
Найбільш інформативним є прямий метод ПЕМ, який полягає в безпосередньому вивченні структури досліджуваного матеріалу у вигляді тонкої плівки або фольги товщиною, прозорою для пучка електронів, що отримана спеціальним методом уточнення. Прямий метод дає змогу досліджувати багато параметрів якості поверхневого шару: встановити тип кристалічної решітки матеріалу, визначити фазовий склад локальних областей, отримати дані про природу, геометричні розміри та кількість структурних складових; дослідити зеренну структуру та границі зерен; виявити механізми зламу в процесі різних методів впливу на матеріал. Застосування більшого збільшення при прямому електронічному дослідженні дає змогу вивчити структуру на субмікрорівні, виявити дефекти кристалічної будови, дислокації, упаковки та оцінити їх внесок у зміну механічних властивостей.

Приготування об'єктів для прямого дослідження є достатньо трудомісткою, не завжди можливою та доцільною операцією. Тому в ряді випадків, наприклад для вивчення субмікрорельєфу механічно оброблених матеріалів, більш виправданим є застосування менш трудомісткого та більш простого методу ПЕМ – непрямого (або *методу реплік*). Репліка – це прозора для електронів плівка речовини, що відрізняється від матеріалу об'єкта, яка є відбитком-зліпком поверхні зразка та сама служить об'єктом дослідження в електронному мікроскопі.

Існує ще одна методика в ПЕМ, що займає проміжне положення між прямим та непрямим методом – *метод реплік з екстракцією* (напівпрямий метод). Він полягає в тому, що отриманий відбиток містить екстраговані, тобто вилучені частки реального матеріалу. Метод дає змогу провести зіставлення поверхневого субмікрорельєфу з реальною структурою матеріалу.

1.2.2 Растрова електронна мікроскопія

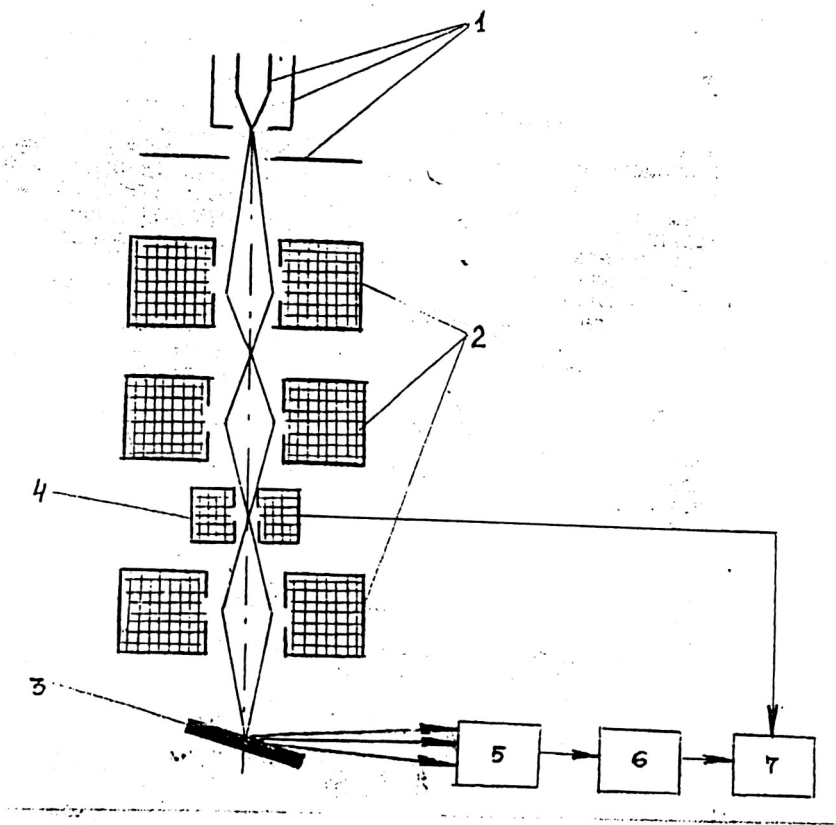
При взаємодії електронного зонда із зразком, окрім розсіяного випромінювання, що пройшло, яке використовується у просвічуючій електронній мікроскопії, формуються й інші види випромінювання (рисунок 2).



- 1 – первинний пучок електронів; 2 – детектор вторинних електронів;
 3 – детектор рентгенівського випромінювання; 4 – детектор відбитих електронів;
 5 – детектор світлового випромінювання; 6 – детектор електронів, що пройшли; 7 – детектор поглинутих електронів

Рисунок 2 – Схема реєстрації інформації про об’єкт у растровому електронному мікроскопі

Кожне з цих видів випромінювання може реєструватися спеціальним детектором і використовуватися для здобуття інформації про структурний стан поверхні матеріалу. На реєстрації цих сигналів заснована растрова електронна мікроскопія (РЕМ). Найбільш розповсюджені дослідження в РЕМ пов’язані з використанням вторинних електронів (рисунки 2, 3), а також з реєстрацією рентгенівського характеристичного випромінювання (рисунок 2), що дає змогу провести локальний якісний та кількісний хімічний аналіз якості поверхні з чутливістю 10^{-11} г.



- 1 – електронна пушка; 2 – блок електронних лінз; 3 – об’єкт дослідження;
 4 – котушка, що відхиляється; 5 – детектор; 6 – фотопомножувач;
 7 – електронно-променева трубка

Рисунок 3 – Принципова схема растрового електронного мікроскопа

Принципова схема растрового електронного мікроскопа наведена на рисунку 3.

Потік електронів формується освітлювачем – електронною пушкою 1. За допомогою блока електронних лінз 2 електрони фокусуються на поверхні зразка 3 у пляму діаметром 1 мкм. За допомогою котушки, що відхиляється, 4 відбувається сканування електронного зонда по поверхні об’єкта. Електронна пляма, рухаючись по об’єкту, утворює на ньому систему рядків – растр. Випромінювання, що виникає в результаті взаємодії електронного пучка з досліджуваним матеріалом за допомогою детектора 5 формує електричний сигнал, який подається на управляючий електрод електронно-променевої трубки 7. Відхилення електронного променя на екрані електронно-променевої трубки відбувається синхронно з рухом електронного зонда по поверхні об’єкта,

що дає змогу на екрані спостерігати зображення поверхні досліджуваного матеріалу.

Корисне збільшення в РЕМ складає 15-50000. Роздільна здатність в РЕМ нижче, ніж в ПЕМ і складає 30-200 А. Глибина різкості в РЕМ – 0,5 мкм.

Основна перевага РЕМ – висока інформативність, обумовлена можливістю спостерігати зображення, використовуючи сигнали різноманітних детекторів. Важлива перевага РЕМ – можливість дослідження реальних об'єктів без спеціального приготування, незамінність при аналізі грубих поверхонь з розвинутим мікрорельєфом та зламів (завдяки великій глибині різкості).

2.УСТАТКУВАННЯ ТА ПРИЛАДИ

Мікроскоп оптичний металографічний МИМ-7.

Мікроскоп електронний просвічуючий УЭМВ-100К.

Вакуумний пост ВУП-4.

Мікроскоп електронний растровий РЭМ-200.

Матеріали та інструменти для приготування об'єктів.

3.ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБІТ

3.1 Ознайомитися з можливостями електронної мікроскопії та виконати практичну роботу на оптичному металографічному мікроскопі МИМ-7.

3.1.1 У відповідності до варіанта за таблицею 1 обрати досліджуваний матеріал та рекомендовані окуляр та об'єктив.

3.1.2 Проглянути мікроструктуру обраного матеріалу на оптичному мікроскопі МИМ-7 та зарисувати її.

3.1.3 За таблицею 2 визначити корисне збільшення для обраних окуляра та об'єктива.

3.1.4 На основі запропонованого знімку мікроструктури (у відповідності до варіанта) визначити розмір елементів структури. Таблиця 1 – Досліджувані матеріали та характеристики оптичної системи

Вариант	Матеріал	Фокусна відстань об'єктива F	Збільшення окуляра	
1	Вуглецева сталь	Сталь 45	13,89	7
2		Сталь 45	13,89	15
3		У10	13,89	7
4		У10	13,89	15
5	Швидкорізальна сталь	P6M5	8,16	7
6		P6M5	8,16	10
7		P9M5	8,16	10
8		P9M5	8,16	15
9	Легована сталь	X18H9T	6,16	10
10		X18H9T	6,16	15
11		12X18H10	6,16	7
12		12X18H10	6,16	10
13	Твердий сплав	T15K6	6,16	10
14		T15K6	6,16	15
15		ВК8	6,16	7
16		ВК8	6,16	10
17	Двошаровий надтвердий композиційний	ДАП	13,89	10
18		ДАП	13,89	15
19	Двошаровий	ДПГ	8,16	7

20		ДПГ	8,16	15
21	Алмазний шлі- фувальний круг	АСВ	13,89	7
22		160/125	13,89	10
23		МВ1 100%	13,89	15
24	Булатна сталь		8,16	15
25	Алмазний мі-		13,89	7

3.2 Ознайомитися з принциповою схемою та будовою просвічуючого електронного мікроскопа УЭМВ-100К, виконати практичну роботу.

3.2.1 Ознайомитися з методикою приготування об'єктів для дослідження в ПЕМ (метод реплік).

3.2.2 Використовуючи запропонований мікрознімок (у відповідності до варіанта), з урахуванням збільшення визначити протяжність поля зору.

3.2.3 Визначити розмір елементів структури.

3.3 Ознайомитися з можливостями растрової електронної мікроскопії та особливостями реєстрації зображення поверхні матеріалу в РЕМ.

3.3.1 Ознайомитися з будовою растрового мікроскопа РЕМ-200.

3.3.2 Використовуючи запропонований мікрознімок (у відповідності до варіанта), з урахуванням збільшення визначити протяжність поля зору.

3.4 На основі проведеної практичної роботи порівняти можливості оптичної та електронної просвічуючої та растрової мікроскопії.

Таблиця 2 – Збільшення оптичного мікроскопа МИМ-7

Збільшення окуляра	Фокусна відстань об'єктива	Корисне збільшення мікроскопа
7	23,2	66
10		94
15		141
7	13,89	110
10		157
15		235
7	8,16	185
10		263
15		394
7	6,16	250
10		357

4 ЗМІСТ ЗВІТА

- 4.1 Назва та мета роботи.
- 4.2 Принципова схема оптичного, електронного просвічуючого та растрового мікроскопів.
- 4.3 Основні характеристики розглянутих структурних методів контролю якості поверхні матеріалів (роздільна здатність, збільшення, глибина різкості).
- 4.4 Устаткування та прилади.
- 4.5 Мікроаналіз досліджуваного матеріалу за індивідуальним завданням у відповідності до пункту 3.
- 4.6 Висновки з роботи.

КОНТРОЛЬНІ ПИТАННЯ

- 1 Структурні характеристики якості поверхні матеріалів.
- 2 Сучасні методи контролю якості поверхні.
- 3 Сутність та характеристики методу оптичної мікроскопії.
- 4 Параметри якості, що контролюються методом оптичної мікроскопії.
- 5 Фізична сутність методу електронної мікроскопії.
- 6 Порівняльна характеристика та сфера застосування оптичної та електронної мікроскопії.
- 7 Роздільна здатність оптичної та електронної мікроскопії й її залежність від довжини хвилі випромінювання, що використовується.
- 8 Просвічуюча електронна мікроскопія та її методики.
- 9 Товщина об'єктів, що досліджуються за допомогою ПЕМ.
- 10 Інформація, яку можна отримати про матеріал за допомогою ПЕМ.
- 11 Види випромінювання, що реєструються в ПЕМ.
- 12 Основні переваги та сфера застосування ПЕМ.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1 Черепин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов: Справочник. – К.: Наук. думка, 1982. - С. 97-102; 106-110.

2 Синдо Д., Оикава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. – М.: Техносфера, 2006. – 256 с.

3 Баррет Ч.С., Массальский Т.Б. Структура металлов. – М.: Металлургия, 1984. – С. 438-453.

4 Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. – М.: Изд-во: РАН, Институт физики микроструктур, 2004. – 114 с.