

**Міністерство освіти и науки України
Національний університет «Запорізька політехніка»**

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

та завдання

до лабораторних робіт із дисципліни

“Навчальний практикум з методів дослідження та НДРС”

для студентів спеціальності

132 “Матеріалознавство”

денної і заочної форми навчання

2022

Методичні вказівки та завдання до лабораторних робіт з дисципліни “Навчальний практикум з методів дослідження та НДРС” для студентів спеціальності 132 “Матеріалознавство денної і заочної форми навчання / Укл. Л.П. Степанова, Ю.І.Кононенко – Запоріжжя НУ «Запорізька політехніка», 2022. – 44 с.

Укладачі: Л.П. Степанова, доц., канд. техн. наук,
Ю.І. Кононенко, старш. викладач

Рецензент: В.Ю. Ольшанецький, проф., д-р техн. наук

Комп’ютерний
набір та графіка: Д.В. Ткач,
Г.Г.Трикоз

Відповідальний
за випуск: В.Ю. Ольшанецький, проф., д-р техн. наук

Рекомендовано
до видання НМК інженерно-
фізичного факультету
Протокол № 1
від “13 ” вересня 2022 р.

Затверджено
на засіданні кафедри ФМ
Протокол № 1
від “ 31 ” серпня 2022 р.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	4
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1 Визначення структурних характеристик дисперсійно- зміцнених сплавів за даними електронно- мікроскопічних досліджень.....	5
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2 Визначення фазового складу продуктів корозії після випробувань жароміцних нікелевих сплавів на стійкість до високотемпературної корозії.....	24
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №3 Теоретичний розрахунок і побудова рентгенограм полікристала в камерах РКД та КРОС.....	34
ЛІТЕРАТУРА.....	39
ДОДАТОК А Довжини хвиль ліній K -серії (в ангстремах).....	40
ДОДАТОК Б Міжплощинні відстані d_{hkl} та відносні інтенсивності ліній для фаз.....	41
ДОДАТОК В Кристалічні структури металів та неметалів.....	43

ВСТУП

В лабораторних роботах використані матеріали науково-дослідницьких робіт, що проводилися протягом останніх років на кафедрі фізичного матеріалознавства із загальним спрямуванням «Жароміцні і корозійностійкі сплави».

Для виконання роботи кожен студент отримує індивідуальне завдання, виконує його і наприкінці оформлює розширений звіт відповідно до завдання із одержаними експериментальними даними, розрахунками, графіками і поясненнями щодо одержаних результатів.

Під час проведення лабораторних робіт студенти повинні набути знання та навички використання методик рентгеноструктурного і електронномікроскопічного аналізу для дослідження структури сплавів.

Основна мета проведення лабораторних робіт – розширити знання із дисципліни «Методи структурного аналізу матеріалів» і залучити студентів до наукової роботи.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

ВИЗНАЧЕННЯ СТРУКТУРНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИСПЕРСІЙНО-ЗМІЦНЕНИХ СПЛАВІВ ЗА ДАНИМИ ЕЛЕКТРОННОМІКРОСКОПІЧНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

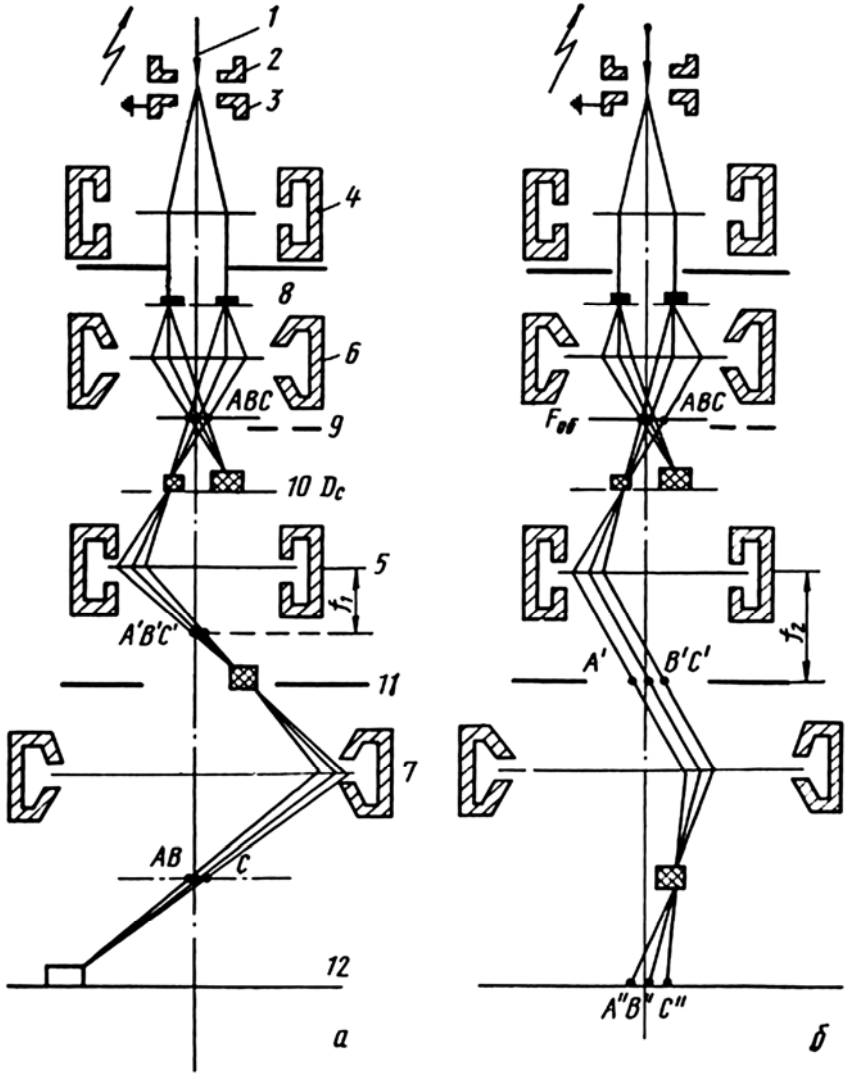
Мета роботи: вивчити устрій просвічувального електронного мікроскопа та спосіб виготовлення реплік, ознайомитись з методикою розрахунку структурних характеристик і визначити їх у жароміцному сплаві.

1.1 Загальні положення

1.1.1 Устрій просвічувального електронного мікроскопа (ПЕМ)

За допомогою оптичних мікроскопів можна спостерігати об'єкти при збільшенні до 1500 разів і то за умов оптимізації ходу світлових променів. Це обмеження обумовлене довжиною хвиль видимого діапазону світлових променів. Отримання значних збільшень можливо при використанні електронів з набагато меншими довжинами хвиль, ніж у світлових променів. Так, якщо прискорююча напруга становить близько 100 кВ, то довжина хвилі дорівнює приблизно 0,04 Å. Отже, електронний мікроскоп дає змогу спостерігати на екрані і фотографувати зображення об'єктів при збільшеннях до 10^6 разів і роздільною здатністю близько 8Å .

Електронний мікроскоп складається із герметичної колони, вакуумної системи та блоків живлення. Блоки живлення забезпечують одержання високої напруги, а також живлення електромагнітних лінз. В колоні розміщено електронну пушку для одержання пучка електронів, систему електромагнітних лінз і діафрагм для формування зображення (рис. 1.1). Електронна пушка – це електростатична лінза, що складається із трьох електродів. Розжарений волосок катода 1 випромінює електрони, фокусуючий електрод 2 має від'ємний потенціал відносно потенціалу катода, тому електричне поле між катодом і фокусуючим електродом діє, як збиральна лінза, а поле між електродом 2 та анодом 3 – як розсіювальна лінза. Сумісна дія усіх лінз дозволяє одержати вузький пучок електронів значної інтенсивності.



а – режим зображення; б – режим мікро дифракції

Рисунок 1.1 – Оптична схема електронного мікроскопа:

f_1 - фокусна відстань проміжної лінзи при спостереженні мікроскопічного зображення; f_2 - фокусна відстань для одержання картини мікро дифракції

Конденсорна лінза 4 фокусує електронний пучок на об'єкті 8. В верхній частині об'єктивної лінзи 6 знаходиться механізм встановлення зразка і шлюзовий устрій, який дозволяє замінювати об'єкт дослідження з незначним порушенням вакууму у колоні.

В електронному мікроскопі використовують електронні промені з довжинами хвиль, меншими ніж міжплощинні відстані кристалічних ґраток. Тому в головній фокальній площині об'єктивної лінзи виникає дифракційна картина, яку на рис. 1.1, а зображено системою із трьох максимумів A , B та C . Обмежене апертурною діафрагмою 9, збільшене проміжне зображення переноситься в площину селекторної діафрагми 10, за допомогою якої формується зображення з використанням одного із максимумів.

Об'єктивна лінза збільшує зображення приблизно в 100 разів. Проміжна лінза 5 передає зображення в площину польової діафрагми 11 з незначним збільшенням (до 10 разів). Суттєво збільшене (до 100 разів) головною проєкційною лінзою 7 зображення спостерігають на екрані 12. Необхідне остаточне збільшення встановлюють, регулюючи силу струму в обмотках лінз. Контраст зображення обумовлюється характером розсіяння та поглинання електронів при їх проходженні крізь кристалічну ґратку зразка.

Проміжну лінзу 5 використовують для переходу від режиму мікроскопічного зображення кристалічного об'єкта до режиму спостереження електронної мікродифракції (рис. 1.1, б). Це досягається зменшенням сили струму в електромагнітній проміжній лінзі, внаслідок чого фокусна відстань збільшується до f_2 замість f_1 (рис. 1.1, а). Далі, дифракційна картина переноситься в площину діафрагми 11 (точки A' , B' , C') з подальшим збільшенням за допомогою проєкційної лінзи 7. В площині екрана 12 спостерігають збільшене зображення (A'' , B'' , C'') цієї дифракційної картини.

1.1.2 Вимоги до хімічного складу, структури і властивостей жароміцних сплавів

Головною характеристикою, що визначає працездатність жароміцних сталей та сплавів, є *жароміцність*, тобто здатність матеріалу працювати при високих температурах ($>0,3 T_{пл}$) впродовж тривалого часу в умовах складних механічних навантажень.

Із підвищенням температури значно знижуються характеристики міцності (через зменшення міцності міжатомних

зв'язків, інтенсифікації процесів дифузії). При постійно діючому тривалому навантаженні, що нижче границі текучості, спостерігається повільне зростання пластичної деформації – *повзучість*. Розвиток повзучості може призвести до руйнування металу.

Для оцінки механічних властивостей жароміцних сплавів зазвичай визначають здатність їх опиратися пластичній деформації та руйнуванню. Відповідно існує два критерії жароміцності. *Границя повзучості* – це напруження, під дією якого матеріал деформується на певну величину за визначений час і задану температуру. *Границя довготривалої міцності* – напруження, що призводить до руйнування сплаву при певній температурі за визначений час.

Найбільш широко як високожароміцні матеріали, що працюють при температурах (700...1100) °С, використовуються сплави на основі нікелю. Це багатокомпонентні сплави, основними фазами в яких є матричний γ -твердий розчин з ГЦК-граткою, зміцнювальна γ' -фаза на основі інтерметаліду $Ni_3(Ti,Al)$, карбідні, карбонітридні та боридні фази різного типу та морфології.

γ' -фаза є сполукою типу A_3B , в якій електронегативні елементи, такі як нікель, кобальт або залізо, відповідають елементу A , а електропозитивні елементи, такі як алюміній, титан або ніобій – елементу B . Зазвичай в нікелевих сплавах γ' -фаза є комплексною впорядкованою фазою із ГЦК-граткою типу $(Ni,Co)_3(Al,Ti,Nb)$, що когерентно пов'язана з матричним γ -твердим розчином. Частинки γ' -фази мають розмір 20...40 нм, а їх кількість, в залежності від легування, може досягати 60%.

Легування жароміцних сталей та сплавів необхідно проводити елементами, що підвищують сили міжатомних зв'язків в твердому розчині та в надлишкових фазах (тобто зменшують дифузійну рухомість атомів розчинника та легувальних елементів), знижують рухомість дислокацій, гальмують процеси коагуляції фаз, підвищують температури рекристалізації та утворюють дисперсні частинки зміцнювальних фаз. В жароміцних сплавах на основі нікелю основними легувальними елементами є Cr , Mo , W , Al , V , Nb , Ti та ін., які здатні розчинятися в твердому розчині або утворювати вторинні фази.

Ефективними зміцнювальними елементами та стабілізаторами γ -твердого розчину є хром (Cr), вольфрам (W), молібден (Mo), кобальт (Co), ніобій (Nb) та реній (Re). В нікелевих сплавах обов'язково

присутні алюміній (Al), титан (Ti) та ніобій (Nb) (сумарно до 8...10%), які забезпечують утворення частинок зміцнювальної γ' -фази. Алюміній також підвищує окалиностійкість сплавів завдяки утворенню захисних плівок Al_2O_3 .

Ефективні робочі характеристики нікелевих сплавів визначаються як високою термічною стабільністю, так і ступенем гетерофазності їх структури: кількістю γ' -фази, її дисперсністю, властивостями γ та γ' -фаз, оптимальною різницею параметрів їх кристалічних ґраток, дифузійною проникливістю поверхонь поділу тощо. Так, ступінь зміцнення жароміцного нікелевого сплаву буде тим вищий, чим більшою є об'ємна частка γ' -фази. Аналогічно впливають дисперсність її частинок та зменшення відстані між ними.

Також дуже важливою характеристикою, що визначає структурну стабільність та працездатність жароміцних сплавів при високій температурі, є термодинамічна стабільність фаз.

Стабільність властивостей сплавів при підвищених температурах експлуатації деталей залежить від інтенсивності проходження таких процесів, як дорозпад пересиченого твердого розчину, коагуляція частинок γ' -фази і таке інше. Інтенсивність цих процесів, в свою чергу, визначається дифузійною рухомістю елементів, що входять до складу γ' -фази. Відомо, що молібден і вольфрам стримують дифузійні процеси і сприяють збереженню дисперсного стану частинок γ' -фази під час довготривалого впливу температури.

Жароміцні властивості нікелевих сплавів залежать від невідповідності параметрів ґраток між когерентною частинкою та матрицею: при значній розбіжності сплави швидко знеміцнюються при високих температурах через інтенсивну коагуляцію частинок зміцнювальних фаз. Невідповідність параметрів ґраток матриці та виділень впливає на форму частинок γ' -фази: при невідповідності (0...0,2)% частинки мають сферичну форму, при (0,5...1,1)% – кубічну, а при невідповідності ґраток понад 1,25% – пластинчасту форму.

Високотемпературні нікелеві сплави належать до дисперсійно-твердіючих сплавів. Метою термічної обробки жароміцних матеріалів є створення стабільної структури, яка не змінюється впродовж тривалого часу експлуатації сплаву. Термічною обробкою формують в нікелевих сплавах спеціальну структуру, що складається з

розташованих в твердому розчині та по межах зерен дисперсних карбідних, а особливо інтерметалідних фаз, які когерентно пов'язані з матрицею тривалий час. Таку структуру отримують в результаті гартування з високих температур 1100...1200 °С (іноді подвійного від різних температур) та старіння (750...950 °С), яке проводять в одну або дві стадії: низько- та високотемпературне (температура старіння жароміцних сплавів повинна бути не нижча за робочу температуру або трохи її перевищувати). Наявність рівномірно розподілених дисперсних надлишкових фаз уповільнює пластичну деформацію при високих температурах. Ефективною є також термічна обробка, що формує в сплаві бімодальну структуру, тобто структуру, в якій частинки γ' -фази мають дві групи різного розміру.

Зміцнення сплаву за рахунок дисперсійного твердіння підвищує міцність; в той же час «перестарювання» сплаву, тобто його знеміцнення внаслідок коагуляції частинок зміцнювальної фази, знижує жароміцність.

1.1.3 Визначення структурних характеристик сплавів

Частинки γ' -фази виявляють за допомогою електронного мікроскопа при просвічуванні реплік. *Репліка* – це знята з поверхні зразка тонка плівка (відбиток), що передає особливості будови та рельєфу поверхні зразка. Репліки отримують у такий спосіб. Металографічний шліф травлять в електроліті певного складу, а саме: 20 г – $CuSO_4$, 5 мл – H_2SO_4 , 10 г – лимонної кислоти, 65г – дистильованої води. На витравленій поверхні зразка при напиленні вуглецем у вакуумі утворюється аморфна вуглецева плівка, яку потім відокремлюють в 2% розчині H_2SO_4 у метиловому спирті і промивають у воді. При відокремленні репліки від зразка в ній залишаються дрібнодисперсні частинки γ' -фази і зберігається рельєф поверхні. Так виготовляється екстракційна репліка.

Визначення та розрахунки об'ємної кількості γ' - фази

При оцінюванні внеску частинок γ' - фази у зміцнення сплавів необхідно правильно визначати об'ємний вміст γ' - фази у структурі сплаву. Найкраще скористатися статистичними методами знаходження цього параметру. Основний принцип, на якому базується визначення відносного вмісту фази в гетерогенній структурі, полягає в тому, що об'ємний вміст фази дорівнює площі, яку займає фаза в

структурі мікрошліфа, виготовленого в довільному плоскому перерізі зразка. В більшості випадків використовують лінійний та точковий методи.

Лінійний метод базується на тому положенні, що відносні довжини відрізків (хорд певної лінії), які попадають на досліджувану фазу, дорівнюють об'ємному вмісту цієї фази:

$$V_i = \frac{\sum_{i=1}^{z_i} l_i}{L_0}, \quad (1.1)$$

де V_i – об'ємний вміст для i -тої лінії;

L_0 – повна довжина випадкової січної лінії, що нанесена на мікроструктуру;

l_i – довжина відрізка, що потрапляє на i -ту частинку γ' -фази;

z_i – кількість відрізків для усіх частинок γ' -фази на лінії L_0 .

$\sum_{i=1}^{z_i} l_i$ – сумарна довжина відрізків для однієї лінії.

Необхідно, щоб довжина лінії не перевищувала розміри фрагмента мікроструктури, що обрана для дослідження. Наведена формула справедлива, якщо січна лінія перетинає структуру, типову для всього зразка. Для структури з нерівномірним розташуванням частинок, а також для зменшення похибки відповідно до формули 1.3 слід збільшити кількість ліній, особливо у випадку великого розміру частинок.

Для проведення розрахунків на мікрофотографію або кальку наносять декілька (4-5) прямих ліній однакової довжини L_0 , які випадково перетинаються між собою. Для кожної лінії вимірюємо лінійкою загальну довжину відрізків $\sum_{i=1}^{z_i} l_i$, які перетинають частинки γ' -фази.

Середнє значення об'ємного вмісту дорівнює:

$$\bar{V} = \frac{\sum_{i=1}^n V_i}{n}, \quad (1.2)$$

де n – кількість ліній.

Абсолютна похибка у визначенні об'ємного вмісту γ' -фази лінійним методом дорівнює:

$$\delta_V = Kt \sqrt{\frac{\bar{V}(100 - \bar{V})}{z}}, \quad (1.3)$$

де K – коефіцієнт, що залежить від характеру структури, за умови рівномірного розподілу частинок $K=0,65$;

$t = 0,6745$ – нормоване відхилення;

\bar{V} – середнє значення об'ємного вмісту γ' -фази;

$z = \sum_{i=1}^n z_i$ – загальна кількість відрізків для усіх n -ліній.

Результати розрахунків занести в табл. 1.1.

Таблиця 1.1 – Об'ємний вміст γ' - фази та похибка обчислення при використанні лінійного методу

№ лінії	Довжина відрізків l_i , мм	Кількість відрізків z	Сумарна довжина відрізків $\sum l_i$, мм	Об'ємний вміст γ' - фази, %		δ_v , %
				V_i	\bar{V}	

При використанні *точкового методу* на фотографію мікроструктури, що аналізують, накладають кальку, на яку наносять велику кількість точок, і підраховують серед них ті, що попадають на частинки γ' - фази. Точки можна розташовувати випадково, але на практиці з'ясовано, що при упорядкованому розташуванні у вигляді квадратної сітки з певною кількістю вузлових точок досягається більш висока точність (за умови однакової загальної кількості точок). При цьому відстань між вузлами сітки повинна бути більшою, ніж розмір

частинок γ' - фази, щоб виконувалася умова хаотичного розташування точок. Використовують декілька фрагментів (4-5).

Об'ємний вміст γ' - фази для i -го фрагменту визначається:

$$V_i = \frac{n_\gamma}{N} 100\%, \quad (1.4)$$

де n_γ - кількість точок, що потрапили на частинки γ' - фази;

N – сумарна кількість вузлових точок на кальці.

Середнє значення об'ємного вмісту дорівнює:

$$\bar{V} = \frac{\sum_{i=1}^f V_i}{f}, \quad (1.5)$$

де f – кількість фрагментів мікрофотографії.

Абсолютну похибку методу розраховують за формулою 1.3, в якій замість z необхідно підставити N , тобто сумарну кількість вузлових точок. Для підвищення точності квадратну сітку наносять на кальку, яку переміщують на різні фрагменти мікрофотографії.

Результати розрахунків занести в таблицю 1.2.

Таблиця 1.2 – Об'ємний вміст γ' - фази та похибка обчислення при використанні точкового методу

Фрагмент мікро-структури	Кількість точок, що попадають на γ' -фазу, n_i	Загальна кількість точок N	Об'ємний вміст γ' - фази, %		δ_{V_i} , %
			V_i	\bar{V}	

Результати розрахунків для різних режимів термічної обробки занести в табл. 1.3 і побудувати графік залежності об'ємного вмісту γ' - фази від тривалості часу витримки при термічній обробці. Проаналізувати дані, одержані різними методами, і зробити відповідні

висновки із поясненнями впливу тривалості часу на досліджену характеристику.

Таблиця 1.3 – Об’ємний вміст γ' - фази для різних режимів термічної обробки

Сплав	Режим термічної обробки	Об’ємний вміст γ' - фази, %	
		Лінійний метод	Точковий метод

Визначення середнього розміру частинок γ' - фази

Спочатку необхідно виміряти розміри усіх частинок на мікрофотографії і записати їх підряд у рядок, вимір можна здійснювати у мм. Врахувати мінімальний і максимальний розміри частинок, визначити 5 або 7 інтервалів, наприклад, 3-4 мм, 4-5 мм, 5-6 мм, 6-7 мм, 7-8 мм, якщо найменший розмір – 3,2 мм, а максимальний – 7,5 мм. Розподілити всі частинки по інтервалам, скориставшись табл. 1.4 і виконати проміжні розрахунки. Загальна кількість частинок

$$N = \sum_{i=1}^n N_i \quad (N_i - \text{кількість частинок у певному } i\text{-тому інтервалі)}$$

повинна бути не менше, ніж 50...70.

Таблиця 1.4 – Середні розміри частинок γ' - фази в обраних інтервалах і проміжні розрахунки

Інтервал, мм	Розміри частинок m_i , мм в інтервалі	Кількість частинок N_i в інтервалі	Середній розмір в інтервалі \bar{m}_i , мм	Середній розмір \bar{m} , мм	Відносна кількість частинок $\frac{N_i}{N} \cdot 100\%$

Середній розмір частинок γ' - фази в i -тому інтервалі розраховують за формулою

$$\bar{m}_i = \frac{\sum_{i=1}^{N_i} m_i}{N_i}, \quad (1.6)$$

де m_i – розміри частинок в i -тому інтервалі.

Середній розмір частинок \bar{m} обчислюють за формулою:

$$\bar{m} = \frac{\sum_{i=1}^n \bar{m}_i}{n}, \quad (1.7)$$

де n – кількість інтервалів.

Далі враховуючи збільшення, перевести мм у мкм, дані занести в табл. 1.5. Побудувати стовпчасту гістограму відносної кількості частинок для обраних інтервалів у % (вісь Y), на осі X відкладаємо обрані інтервали. Зробити висновки: частинки якого розміру присутні в структурі в найбільшій та найменшій кількості.

Таблиця 1.5 – Середньозважений розмір частинок γ' - фази та похибки його обчислення

Сплав	Режим термічної обробки	\bar{m} , мкм	$\Delta\bar{m}$, мкм	δ_m , %

Абсолютну похибку у визначенні середнього розміру частинок оцінити за формулою:

$$\Delta\bar{m} = \sqrt{S_{n-1}^2}, \quad (1.8)$$

де S_{n-1}^2 – середньоквадратичне відхилення середніх інтервальних розмірів частинок від середньозваженого (по усім інтервалам) розміру:

$$S_{n-1}^2 = \frac{1}{N-1} \left[\sum_{i=1}^{N_1} (m_i - \bar{m}_1)^2 + \sum_{i=1}^{N_2} (m_i - \bar{m}_2)^2 + \dots + \sum_{i=1}^{N_n} (m_i - \bar{m}_n)^2 \right]. \quad (1.9)$$

Відносна похибка (коефіцієнт варіації) при визначенні середнього розміру частинок обчислюється за формулою:

$$\delta = \frac{\Delta \bar{m}}{\bar{m}} 100\% \quad (1.10)$$

Результати занести в табл. 1.5.

Побудувати графік залежності середнього розміру частинок від тривалості часу витримки τ при термічній обробці $\bar{m} = f(\tau)$ і зробити висновки щодо впливу тривалості часу на розмір частинок γ' - фази. Оцінити вплив легувальних елементів.

Визначення поверхневої і об'ємної густини частинок γ' -фази

Поверхнева густина – це кількість частинок на одиниці площі; розраховується за формулою:

$$n_S = \frac{N}{S}, \quad (1.11)$$

де N – загальна кількість частинок;

S – істинна площа із урахуванням збільшення.

На мікрофотографію наносимо контур у вигляді квадрата зі стороною d , підраховуємо загальну кількість частинок у вибраному контурі (рис 1.2):

$$N = Z + 0.5U + 0.25V, \quad (1.12)$$

де Z – кількість частинок усередині контуру;

U – кількість частинок, що попадають на лінії контуру;

V – кількість частинок, що знаходяться у вершинах квадратного контуру (рис. 1.2).

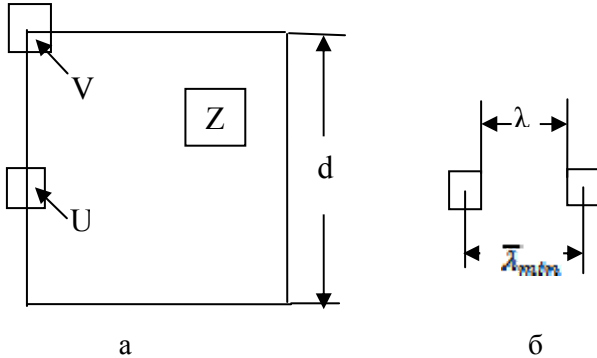


Рисунок 1.2 – Підрахунок кількості частинок у контурі (а) та відстані між ними (б)

Отже, маємо

$$n_s = \frac{Z + 0,5U + 0,25V}{S_{icm}};$$

$$S_{icm} = \frac{d^2}{A^2}, \text{ мкм}^2, \quad (1.13)$$

де d – розмір контуру;

A – збільшення;

n_s [мкм⁻²] – розмірність визначеної поверхневої густини.

Об'ємну густину частинок розраховуємо за формулою:

$$n_V = Kn_S^{3/2} \text{ [мкм}^{-3}\text{]}, \quad (1.14)$$

де K – коефіцієнт форми частинок, для кубічної форми частинки $K = 0,545$; для сферичної частинки $K = 0,65$.

Визначення середньої відстані між частинками γ' - фази

В теорії зміцнення важливу роль відіграє середня відстань між найближчими частинками. Від точності визначення цієї характеристики залежить і розрахункове значення дисперсійного зміцнення:

$$\sigma \sim \frac{2\alpha Gb}{\bar{\lambda}} \sim \frac{Gb}{\bar{\lambda}_{\min} - \bar{m}}, \quad (1.15)$$

де α – коефіцієнт, приблизно дорівнює 0,5;

G – модуль зсуву для матриці;

b – вектор Бюргера дислокацій;

$\bar{\lambda}_{\min}$ – середня відстань між центрами найближчих частинок;

\bar{m} – середній розмір частинок, визначений в розділі 1.2;

$\bar{\lambda} = \bar{\lambda}_{\min} - \bar{m}$ – середня відстань між найближчими частинками

(рис. 1.2, б).

Чим менша відстань між частинками, тим більше напруження потрібне для проходження між ними дислокацій. При однаковому об'ємному вмісті частинок зменшення їх розмірів викликає збільшення їх кількості, тому відстань між ними буде зменшуватися. Вплив зміцнювальних частинок на приріст зміцнення можна описати залежністю:

$$\sigma_{\gamma'} \sim \frac{\sqrt{V}}{m}. \quad (1.16)$$

Отже, загальна міцність сплаву визначається рівнянням

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{\gamma'} = \sigma_0 + \frac{c\sqrt{V}}{m}, \quad (1.17)$$

де σ_0 – границя міцності матриці, c – константа, що включає вектор Бюргера дислокацій і модуль зсуву для матриці, V – об'ємний вміст частинок γ' - фази, \bar{m} – їх середній розмір.

Відстань $\bar{\lambda}_{\min}$ неможливо виміряти, але є нагода цю характеристику визначити через інші параметри, які можна безпосередньо виміряти на мікрофотографії. Таким параметром є поверхнева густина:

$$\bar{\lambda}_{\min} = \frac{1}{\sqrt{n_S}}; \quad \bar{\lambda} = \frac{1}{\sqrt{n_S}} - \bar{m} \quad [\text{мкм}], \quad (1.18)$$

де $\bar{\lambda}$ – середня відстань між найближчими частинками;
 n_S – поверхнева густина.

Відносна похибка у визначенні $\bar{\lambda}$ дорівнює

$$\delta_{\lambda} = \frac{1}{2\sqrt{N_i M}}, \quad (1.19)$$

де N_i – кількість частинок в i - тому контурі; M – кількість використаних контурів на мікрофотографії. Інформація буде більш об'єктивною, якщо збільшити кількість контурів на різних фрагментах мікроструктури.

Розраховані значення поверхневої і об'ємної густини n_S та n_V , а також середню відстань між частинками γ' - фази занести в табл. 1.6 для кожного зразка із відповідною термічною обробкою.

Таблиця 1.6 – Поверхнева густина n_S , об'ємна густина n_V та середня відстань між частинками γ' - фази $\bar{\lambda}$

Режим термообробки	n_S , мкм ⁻²	n_V , мкм ⁻³	$\bar{\lambda}$, мкм	δ_{λ} , %

Побудувати графік залежності поверхневої густини n_S , об'ємної густини n_V та середньої відстані між частинками γ' - фази від тривалості часу витримки τ при термічній обробці і зробити висновки щодо рівня зміцнення в сплаві. Оцінити вплив легувальних елементів.

1.2 Матеріали та обладнання

В роботі використовують просвічувальний електронний мікроскоп, установку для виготовлення реплік, зразки жароміцного сплаву, мікроструктури досліджених реплік, обчислювальну техніку.

1.3 Завдання і порядок виконання роботи

1 Описати жароміцні нікелеві сплави (вказати хімічний склад, призначення, вимоги до структури, природу γ' - фази).

2 Ознайомитися із методикою електронно-мікроскопічних досліджень.

3 Описати устрій та принцип роботи електронного мікроскопа.

4 Описати спосіб виготовлення реплік для електронно-мікроскопічних досліджень.

5 Описати сутність методу вивчення структури за допомогою реплік. Формування зображення при просвічуванні реплік.

6 Розглянути методику визначення та розрахунки об'ємної кількості γ' -фази, середнього розміру частинок γ' -фази, поверхневої і об'ємної густини зміцнювальної фази та середньої відстані між частинками γ' -фази.

7 За даними розрахунків побудувати:

- графік залежності об'ємної кількості γ' -фази від режимів старіння;

- графік залежності середнього розміру частинок γ' -фази від режимів термічної обробки.

- гістограми розподілу розмірів частинок γ' -фази;

- графіки залежності поверхневої і об'ємної густини зміцнювальної фази та середньої відстані між частинками γ' -фази.

8 Зробити висновок щодо впливу структурних характеристик на рівень зміцнення сплаву. Оцінити вплив легувальних елементів на структурні характеристики.

9 Описати сутність металографічного методу дослідження структури.

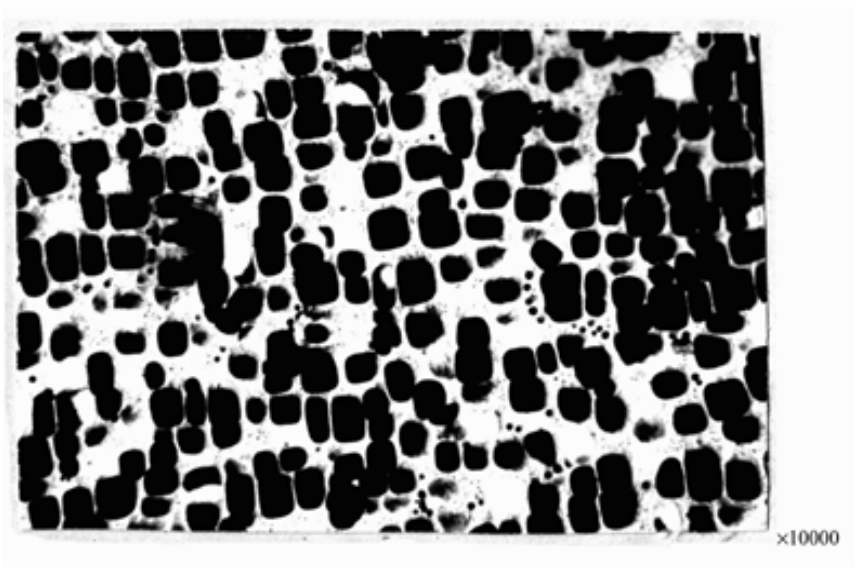
10 Для наведеного матеріалу обрати реактиви для проведення травлення з метою виявлення структури. Описати особливості дослідження цього матеріалу.

11 Дослідити мікроструктуру сплаву ЗМІ-3У після різних режимів термічної обробки, описати характер змін, що відбуваються.

Типове індивідуальне завдання з навчального практикуму

Питання 1- 5 розглянути, використовуючи загальні положення (п.1.1).

Питання 6-8. Сплав ЗМІ-3У (електронні репліки). Режим термічної обробки: Гартування I, 1180°C – 4 год., охолодження на повітрі + Гартування II, 1050°C – 4 год., охолодження на повітрі + Старіння I, 830°C – 24 год. + Старіння II, 800°C – 100 год.



Питання 9 Описати сутність металографічного методу дослідження структури.

Питання 10 Для наведеного матеріалу (чавуни) обрати реактиви для проведення травлення з метою виявлення структури. Описати особливості дослідження цього матеріалу.

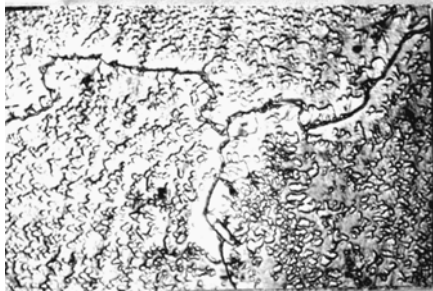
Питання 11 Дослідити мікроструктуру сплаву ЗМІ-3У (оптичний мікроскоп) після різних режимів термічної обробки, описати характер змін, що відбуваються:

Гартування 1180°C (4 год.), підстижування з швидкістю 30 °C/год. до 1050 °C(4 год.) + Старіння, 830 °C(24 год.).



×1000

Гартування 1180°C (4 год.), підстижування з швидкістю 30 °C/год. до 1050 °C(4 год.) + Старіння I, 830 °C (24 год.) + Старіння II, 800°C (1000 год.).



×1000

Гартування 1180°C (4 год.), підстижування з швидкістю 30 °C/год. до 1050 °C(4 год.) + Старіння I, 830 °C (24 год.) + Старіння II, 800°C (3000 год.).



×1000

1.4 Контрольні запитання

1 Охарактеризувати устрій електронного мікроскопа.

2 Відмітити особливості приготування зразків у вигляді реплік для дослідження в електронному мікроскопі.

3 Пояснити формування зображення частинок γ' -фази в електронному мікроскопі.

4 Які структурні зміни відбуваються в жароміцних сплавах при старінні та який їх вплив на стабільність властивостей?

5 Методики визначення основних структурних характеристик та похибки розрахунків у жароміцному сплаві.

1.5 Рекомендована література

[1, с. 435 – 445; 4, с.279 - 288; 5, с.161-166].

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2

ВИЗНАЧЕННЯ ФАЗОВОГО СКЛАДУ ПРОДУКТІВ КОРОЗІЇ ПІСЛЯ ВИПРОБУВАНЬ ЖАРОМІЦНИХ НІКЕЛЕВИХ СПЛАВІВ НА СТІЙКІСТЬ ДО ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНОЇ КОРОЗІЇ

Мета роботи: ознайомитися із рентгеноструктурним методом визначення фазового складу продуктів високотемпературної корозії (ВТК) в нікелевих сплавах. Провести ідентифікацію фаз для заданого сплаву.

2.1 Загальні положення

2.1.1 Випробування на стійкість до ВТК

Корозійностійкі нікелеві сплави призначені для виготовлення лопаток стаціонарних енергетичних газотурбінних установок (ГТУ), в яких температура газу при вході на турбіну може досягати 700...950 °С, а ресурс роботи повинен бути 20...30 тисяч годин в умовах корозійно-активних середовищ. Такі сплави містять 12...16 % *Cr* при співвідношенні $Ti/Al=0,7...1,0$ та сумарному вмісті ($W+Mo+Ta$) 6,5...11%. Прикладами корозійностійких нікелевих сплавів є ЖС6К, ЗМИ-3У, ЖСЗЛС, ЧС70-ВИ та інші.

Високотемпературна корозія (ВТК) – це прискорене, у ряді випадків катастрофічне роз'їдання виробів із жароміцних сплавів у потоці продуктів згорання палива, що містить корозійноактивні домішки (сірка, натрій, ванадій, хлор, свинець і інші) або у морській воді.

Корозію пов'язують із прискореним окисненням матеріалу в присутності солей лужних металів, особливо сульфату натрію Na_2SO_4 . Джерелом цих солей може бути морська сіль (наявність $NaCl$), а також хімічні процеси, що приводять до утворення Na_2SO_4 при спалюванні палива, що містить натрій і сірку. Прискорює руйнування ванадій, який утворює легкоплавкі сполуки, які є рідкими при температурах експлуатації.

При використанні природного газу в стаціонарних установках корозійноактивними домішками є сірководень, сірка а також з'єднання лужних металів. Дослідження продуктів корозії здійснюють

рентгеноструктурним, рентгеноспектральним (для щільних плівок), ваговим і іншими методами.

Для корозійних випробувань в лабораторних умовах готували циліндричні зразки (довжина 30 мм, діаметр 10 мм), які після вимірювання розмірів і визначення ваги із точністю до $\pm 0,0002$ г розміщували напівзануреними у тигель із розплавом солей $75\% Na_2SO_4 + 25\% NaCl$ у повітряній атмосфері печі. Середня тривалість випробувань при температурах $750...950$ °С, в залежності від типу сплавів, становила 25...40 годин.

Після випробувань продукти корозії відділяють від зразка. Наявність тих чи інших фаз визначається хімічним складом сплаву, корозійним середовищем та температурою. Фази в продуктах корозії нерівномірно розподілені, тому їх ретельно подрібнюють і водночас перемішують. Такий дисперсний подрібнений порошок із додаванням спирту доводять до в'язкого стану, а потім запресовують у спеціальні кювети із використанням скляної пластини. Зразок готують безпосередньо перед зйомкою, щоб порошок не висипався із кювети при випаруванні спирту.

2.1.2 Якісний фазовий аналіз

Визначення фазового складу кристалічної речовини є найбільш поширеною задачею в рентгеноструктурному аналізі. Кожна фаза має притаманну їй кристалічну ґратку із певними розмірами, тому дифракційна картина є індивідуальною характеристикою кожної кристалічної речовини і відрізняється від інших фаз набором міжплощинних відстаней d_{HKL} , які можна визначити при аналізі дифракційної картини. При цьому не треба визначати тип і параметри елементарної комірки.

Всі сукупності паралельних площин у ґратці характеризуються дійсними чи фіктивними міжплощинними відстанями d_{hkl}/n , що є характерними тільки для даної речовини (при цьому d_{hkl}/n , – дійсна відстань, а n – порядок відбиття. Тому $d_{HKL}=d_{hkl}/n$ слід вважати як міжплощинну відстань для серії площин, що приймають участь у створенні дифракційного максимуму із індексами HKL . Символ HKL дифракційної лінії включає і порядок відбиття n від певної кристалографічної площини (hkl) , тобто $H=nh$, $K=nk$, $L=nl$. Наприклад, дифракційна лінія із індексами 440 є четвертим порядком відбиття від площини (110).

Безпосередньо величина d_{HKL} визначається із формули Вульфа-Брега, а саме

$$d_{HKL} = \frac{d_{hkl}}{n} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} . \quad (2.1)$$

Оскільки λ – довжина хвилі характеристичного випромінювання є величиною відомою і визначається матеріалом анода рентгенівської трубки, то задача зводиться до знаходження кутів відбиття θ для дифракційних ліній α -випромінювання через їх більшу інтенсивність порівняно із β -лініями. Наявність α - і β -ліній у випромінюванні суттєво ускладнює дифракційну картину, бо для кожної фази будуть присутніми подвійні серії ліній як для α - так і β -випромінювання.

Для створення монохроматичного α -випромінювання використовують спеціальні кристали-монохроматори (наприклад кварц у вигляді монокристалу із площиною $(10\bar{1}1)$), які встановлюють під певним кутом θ для α -ліній, і таким чином β -випромінювання фільтрується. Розташування кристал-монохроматора після зразка перед сцинтиляційним лічильником забезпечує не тільки фільтрацію β -випромінювання, але і призводить до послаблення суцільного спектру та флюоресцентного фону від зразка, що дає можливість виявляти слабкі лінії при малому вмісті фази.

Метою якісного фазового аналізу є знаходження всіх фаз у складі зразка та їх ідентифікація. Кожну фазу знаходять порівнюючи експериментально знайдені значення міжплощинних відстаней із довідниковими даними. Відомості про міжплощинні відстані в таблицях приводять у напрямку зменшення величини d_{hkl}/n . Для виміру як довжин хвиль λ , так і d_{HKL} в рентгеноструктурному аналізі

використовується позасистемна одиниця ангстрем (\AA),

$1 \text{\AA} = 0,1 \text{ нм} = 10^{-10} \text{ м}$. Це обумовлено тим, що в усіх довідниках дані наведені в ангстремах відповідно до рішення Міжнародного союзу кристалографів (до 1947р. ці характеристики вимірювали у кХ,

$1 \text{\AA} = 1,00202 \text{ кХ}$).

Інтенсивність (I) ліній для кожної фази пропорційна об'ємному вмісту цієї фази. Інтегральна інтенсивність визначається площею між лінією фону і кривою розподілу інтенсивності в залежності від кута θ . Для якісного аналізу допускається вимір висоти дифракційного піку. Інтенсивність найбільш сильної лінії вважають рівною за 100%, для інших ліній I визначається в частках від цієї величини.

Якщо структура зразка складається із декількох фаз, то на дифрактограмі будуть присутні лінії усіх фаз. Аналіз ускладнюється, тому що одна і та ж лінія одночасно може належати різним фазам, внаслідок чого інтенсивність таких ліній значно збільшується. Коли міжплощинні відстані для ліній різних фаз близькі за значеннями і є менш інтенсивний пік, то для цієї лінії d_{HKL} визначається із підвищеною похибкою.

Слід зауважити, що для ліній в малокутовій області ($\theta < 60^\circ$) дифракційні піки α_1 і α_2 практично зливаються в один; в області великих кутів ($\theta > 60^\circ$) лінії, одержані в α_1 - і α_2 - випромінюванні розділяються і це необхідно враховувати при визначенні міжплощинних відстаней d_{HKL} .

Найбільш інтенсивними є лінії тієї фази, яка складає основну частину об'єму зразка. Саме тому визначення фазового складу починають із ідентифікації основної фази. Виділяють найбільш інтенсивні лінії і за значеннями їх міжплощинних відстаней знаходять відповідну фазу серед представлених в табл.2.2. Далі порівнюють d_{HKL} для усіх інших ліній із експериментальними даними і у випадку їх збіжності роблять висновок, що певна фаза є визначеною. Довідкові дані записують поруч із експериментальними у табл.2.1. Якщо значення міжплощинних відстаней d_{HKL} експериментальних і довідкових даних збігаються, то фаза знайдена вірно.

Якщо вибрана фаза не відповідає зазначеним умовам, то операцію повторюють із іншими фазами. Фаза, що присутня у зразку в незначній кількості, на дифрактограмі може бути представлена лише найбільш сильними лініями фази, але для ствердження щодо наявності цієї фази у зразку, їх повинно бути не менш 4-5. Інтенсивність їх може бути незначною за винятком збіжності ліній цієї фази із лініями інших фаз.

Аналіз слід вважати закінченим за умови розподілення усіх експериментальних ліній між встановленими фазами.

Незначне відхилення значень d_{HKL} від табличних може свідчити про утворення твердих розчинів із більш високим рівнем розчинності легувальних елементів або вказувати на наявність залишкових напружень. Останнє є малоймовірним для порошкових зразків.

Дуже часто, коли виникають труднощі в ідентифікації усіх фаз, необхідно мати додаткову інформацію про хімічний склад зразка і можливих фазах, що можуть утворитися за певних умов випробувань. Потрібно також користуватися літературними даними та аналізувати процеси, що можливі за умов лабораторних випробувань.

2.1.3 Схема ходу променів у дифрактометрі ДРОН-1

Дифракційні промені реєструються за допомогою сцинтиляційного лічильника почергово при синхронному пересуванні лічильника і зразка навколо осі гоніометра. Лічильник реєструє вузький пучок променів у кінцевому маломукутовому інтервалі усього дифракційного конуса, тобто є точковим детектором. Схему зйомки з фокусуванням за Брегом-Брентано зображено на рис. 2.1. Джерело випромінювання F і щілина лічильника S_2 розташовуються на колі гоніометра з радіусом R_2 .

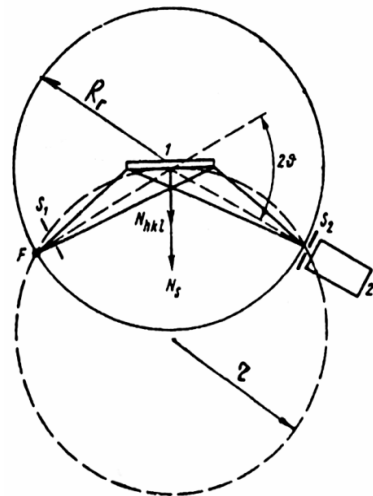


Рисунок 2.1 – Схема фокусування у дифрактометрі

Крізь її центр, що співпадає з віссю гоніометра, проходить поверхня плоского зразка 1. Розходження первинного пучка променів обмежується встановленням щілин певного розміру.

При повороті лічильника 2 на кут 2θ зразок синхронно повертається на кут θ і при цьому його поверхня увесь час має дотик до кола фокусування зі змінним радіусом $r = \frac{R_r}{2 \sin \theta}$. Обертання зразка і лічильника приводить до руху синхронний електродвигун,

Таблиця 2.2 – Міжплощинні відстані d_{HKL} та умовна інтенсивність дифракційних ліній для фаз

$d_{HKL} \cdot 10^{-10}$, м	I , %	$d_{HKL} \cdot 10^{-10}$, м	I , %	$d_{HKL} \cdot 10^{-10}$, м	I , %
<i>(CoNi)₃S₄</i>		<i>NiAl₂O₄</i>		<i>NiAlO₄</i>	
3,36	20	2,437	75	2,43	75
2,85	100	2,016	75	2,01	75
2,36	70	1,557	13	1,55	13
2,04	20	1,427	100	1,421	100
1,83	30	1,232			
1,67	100	1,165			
<i>NiCo₂O₄</i>		<i>Ni</i>		<i>NiAl</i>	
2,869	25	2,03	100	2,88	сл
2,447	100	1,76	50	2,041	ср
2,342	10	1,244	32	1,66	сл
2,029	25	1,061	32	1,45	дс
1,562	30	1,017	4	1,291	сл
1,434	45	0,808	8	1,179	ср
1,230	16	0,788	8	1,021	сл
1,056	25	0,719	8	0,913	сл
		0,678	8		
<i>CoCrO₄</i>		<i>Ni₃Ti</i>		<i>NiO·Cr₂O₃</i>	
3,3	50	2,2075	дсл	4,79	20
3,10	50	2,1282	ср	2,93	30
2,89	50	2,0772	дс	2,50	100
2,62	100	1,95	с	2,07	35
2,36	50	1,72	ср	1,70	15
2,04	25	1,51	сл	1,60	60
1,73	50	1,32	ср	1,47	80
1,65	25	1,277	ср	1,31	10
1,55	50	1,1728	ср	1,27	25
				1,20	10
				1,08	25

Продовження табл. 2.2

$d_{HKL}, 10^{-10}, \text{м}$	$I, \%$	$d_{HKL} \cdot 10^{-10}, \text{м}$	$I, \%$	$d_{HKL} \cdot 10^{-10}, \text{м}$	$I, \%$
<i>NiMoO₄</i>		<i>Ni₃S₂</i>		<i>NiO</i>	
3,59	дс	4,08	12	2,40	60
3,12	дс	2,85	52	2,08	100
2,75	ср	2,35	32	1,474	60
2,35	дс	2,03	24	1,258	24
2,20	сл	1,8119	100	1,203	12
1,91	ср	1,659	52	1,042	2
1,71	ср	1,353	1	0,957	4
1,63	ср	1,288	8	0,933	6
1,50	ср	1,219	32	0,852	3
		1,171	4	0,802	2
		1,126	8		
		1,098	12		
		1,085	20		
		1,016	8		
<i>Na₂SO₄</i>		<i>NiCrO₄</i>		<i>CrO₃</i>	
4,66	73	3,66	75	4,20	75
3,84	18	3,42	55	3,40	100
3,178	51	2,740	55	2,86	25
2,783	100	2,548	100	2,36	20
2,64	48	2,455	130	2,25	20
2,329	21	2,139	14	2,00	7
2,211	5	2,046	14	1,96	10
1,86	31	1,833	30	1,84	5
1,84	6	1,517	12	1,74	15
1,68	12	1,540	35	1,71	3
1,66	8	1,523	20	1,68	1
1,55	10	1,452	45	1,60	3
1,49	5	1,371	12	1,56	1
1,297	6	1,303	10	1,54	1
				1,50	5

Продовження табл.2.2

$d_{HKL} \cdot 10^{-10}$, м	I, %	$d_{HKL} \cdot 10^{-10}$, м	I, %
<i>Cr₂O₃</i>		<i>CrO₃</i>	
3,62	45	1,470	1
2,67	70	1,431	3
2,47	70	1,405	5
2,17	80	1,376	2
2,03	4		
1,81	45		
1,67	100		
1,58	6		
1,465	30		
1,432	45		
1,294	16		
1,236	6		
1,209	6		
1,72	5		
1,148	6		
1,123	6		
1,087	12		
1,041	10		
1,025	2		
0,946	6		

2.2 Матеріали та обладнання

В роботі використано рентгенівський дифрактометр, зразки жароміцних сплавів після корозійних випробувань, дифрактограми, обчислювальну техніку.

2.3 Завдання і порядок виконання роботи

1 Описати процеси, що відбуваються при експлуатації сплавів в агресивних середовищах та підвищених температурах і з'ясувати причини розвитку катастрофічної ВТК.

2 Ознайомитися із фазовим рентгеноструктурним якісним аналізом для дослідження продуктів корозії.

3 Визначити кути дифракції θ і інтенсивності дифракційних ліній, розрахувати міжплощинні відстані d_{HKL} . Дані представити у вигляді таблиці 2.1. Кількість стовпчиків для довідкових даних визначається кількістю визначених фаз.

4 Визначити фазовий склад продуктів високотемпературної корозії жароміцного нікелевого сплаву після випробувань при заданій температурі.

5 Провести аналіз одержаних результатів із врахуванням хімічного складу сплаву.

2.4 Контрольні запитання

1 В чому полягає високотемпературна корозія і які корозійноактивні домішки є її чинниками?

2 Від чого залежить присутність тих чи інших фаз в продуктах корозії?

3 На чому базується якісний фазовий аналіз?

4 Вказати фактори, що впливають на інтегральну інтенсивність дифракційних ліній?

5 Яким чином експериментально визначають інтегральну інтенсивність дифракційних ліній?

6 Приготування зразків для дослідження продуктів корозії?

7 Як здійснюють фокусування в дифрактометрах і монохроматизацію випромінювання?

2.5 Рекомендована література

[1, с. 275 – 281; 2, с.383 - 388; 4, с.106-111].

Позначення у таблиці: λ – довжина хвилі випромінювання; HKL – індекси дифракційних ліній; $\theta_{роз}$ – розрахунковий кут відбиття; Δ – поправка на поглинання в матеріалі циліндричного зразка; $2l$ – відстань між лініями на рентгенограмі.

2. Знайти кількість ліній на рентгенограмі для заданої довжини хвилі згідно умов завдання. Для цього обчислити найбільше значення $H^2 + K^2 + L^2$ для кожної довжини хвилі λ_β та $\lambda_{\alpha_{сеп}}$ за формулою:

$$H^2 + K^2 + L^2 \leq \frac{4a^2}{\lambda^2}, \quad (3.1)$$

яка є похідною від квадратичної форми за умови $\sin\theta \leq 1$.

Значення довжин хвиль для відповідного анода наведено у таблиці (додаток 1).

Найбільше значення $H^2 + K^2 + L^2$ визначає індекси останньої лінії.

3. Записати індекси ліній HKL для відповідної ґратки, враховуючи значення структурної амплітуди і закони погасання.

4. Кути відбиття для α - та β -ліній знайти з формули Вульфа-Брега у вигляді

$$\sin\theta_i = \frac{\lambda}{2a} \sqrt{H_i^2 + K_i^2 + L_i^2}. \quad (3.2)$$

В камері РКД лінії α_1 і α_2 не розділяються.

Для α -ліній використовувати середню довжину хвилі, визначену як

$$\lambda_{\alpha_{сеп}} = \frac{2\lambda_{\alpha_1} + \lambda_{\alpha_2}}{3}. \quad (3.3)$$

5. Поправку на поглинання у зразку обчислити за формулою

$$\Delta = \rho (1 + \cos 2\theta_{роз}). \quad (3.4)$$

Прийняти, що радіус зразка ρ дорівнює 0,25 мм.

6. З урахуванням поправки на поглинання Δ , відстань між лініями складає

$$2\ell_i = 2\ell_{i_{\text{роз}}} + \Delta_i. \quad (3.5)$$

7. Умовну інтенсивність кожної α -лінії знайти у довіднику або у методичних вказівках до курсу (додаток 2). Інтенсивність β -ліній взяти приблизно в 4 рази меншою за інтенсивність α -ліній з однойменними індексами. Відношення інтенсивностей для відповідного випромінювання складає $I_{\alpha_1} : I_{\alpha_2} : I_{\beta} \approx 4 : 2 : 1$.

8. Побудувати рентгенограму у вигляді штрих-схеми, на якій α -лінії на відміну від β -ліній накреслити іншим кольором. Довжина штрихів повинна відповідати інтенсивності відповідної лінії.

Проставити індекси кожної дифракційної лінії зверху штрихів.

Побудова рентгенограми за умови зйомки у камері КРОС

1. Побудувати схему кільцевої рентгенограми для ліній з найбільшими кутами відбиття згідно з варіантом завдання.

2. Відстань між зразком та плівкою, а також граничний радіус дебаєвського кільця R підібрати так, щоб можна було одержати принаймні 3-4 кільцеві лінії. Врахувати, що розмір плівки не повинен перебільшувати габарити $(120 \times 120) \pm 10$ мм, а максимальна відстань A між зразком та плівкою не може бути більшою за 50 мм.

3. Розрахувати кути відбиття для довжин хвиль λ_{β} , λ_{α_1} та λ_{α_2} і відповідні радіуси дебаєвських кільцевих ліній R_i за формулою

$$R_i = A \cdot \text{tg}(180 - 2\theta_i). \quad (3.6)$$

Одержані дані вписати у табл. 3.2.

4. Намалювати схему рентгенограми для плоскої плівки. При нанесенні кільцевих ліній на схему враховувати інтенсивність для α - і β -випромінювань.

5. Біля кожної лінії записати відповідні індекси: наприклад 420_{β} , або 331_{α_1} та 331_{α_2} .

Таблиця 3.2 – Результати розрахунків та інтенсивності ліній

HKL	$\lambda_{\alpha_1} =$			$\lambda_{\alpha_2} =$			$\lambda_{\beta} =$		
	θ_i	R_i	$I, \%$	θ_i	R_i	$I, \%$	θ_i	R_i	$I,$

3.2 Вихідні дані для виконання роботи

Таблиця 3.3

Ва-ріант	Речовина	Тип ґратки	Параметр $a, \text{Å}$	Випромінювання (анод)
1	<i>Ag</i>	ГЦК	4,0853	<i>Co</i>
2	<i>Au</i>	ГЦК	4,0789	<i>Fe</i>
3	<i>Al</i>	ГЦК	4,0488	<i>Cu</i>
4	<i>Al</i>	ГЦК	4,0488	<i>Fe</i>
5	<i>Cu</i>	ГЦК	3,6148	<i>Fe</i>
6	<i>Ni</i>	ГЦК	3,5232	<i>Cu</i>
7	<i>Pb</i>	ГЦК	4,9507	<i>Cu</i>
8	<i>Pb</i>	ГЦК	4,9507	<i>Fe</i>
9	<i>Pd</i>	ГЦК	3,9242	<i>Co</i>
10	<i>Pt</i>	ГЦК	3,9242	<i>Fe</i>
11	<i>Ge</i>	типу алмазу	5,6580	<i>Cu</i>
12	<i>Ge</i>	типу алмазу	5,6580	<i>Cr</i>
13	<i>Si</i>	типу алмазу	5,4248	<i>Fe</i>
14	<i>C</i>	Типу алмазу	3,5669	<i>Cu</i>
15	<i>C</i>	Типу алмазу	3,5669	<i>Fe</i>
16	<i>Ba</i>	ОЦК	5,0100	<i>Cr</i>
17	<i>Cr</i>	ОЦК	2,8840	<i>Cu</i>
18	<i>Cr</i>	ОЦК	2,8840	<i>Fe</i>
19	<i>Fe</i>	ОЦК	2,8665	<i>Co</i>
20	<i>Mo</i>	ОЦК	3,1470	<i>Cu</i>
21	<i>W</i>	ОЦК	3,1652	<i>Fe</i>
22	<i>Nb</i>	ОЦК	3,3002	<i>Co</i>

Продовження таблиці 3.3

Ва-ріант	Речовина	Тип ґратки	Параметр a , Å	Випромінювання (анод)
23	<i>Ta</i>	ОЦК	3,3025	<i>Cu</i>
24	<i>V</i>	ОЦК	3,0271	<i>Fe</i>
25	<i>K</i>	ОЦК	5,3298	<i>Cr</i>
26	<i>Na</i>	ОЦК	4,2910	<i>Cr</i>
27	<i>Ge</i>	Типу алмазу	5,6580	<i>Mo</i>
28	<i>W</i>	ОЦК	3,1652	<i>Co</i>
29	<i>Si</i>	Типу алмазу	5,4248	<i>Mo</i>
30	<i>Si</i>	Типу алмазу	5,4248	<i>Cu</i>
31	<i>Cu</i>	ГЦК	3,6148	<i>Mo</i>
32	<i>Al</i>	ГЦК	4,0488	<i>Co</i>
33	<i>W</i>	ОЦК	3,1652	<i>Cu</i>
34	<i>Pt</i>	ГЦК	3,9242	<i>Cu</i>

3.3 Рекомендована література

[1, с. 239 – 251; 2, с.188 – 196, с.210-216].

ЛІТЕРАТУРА

Основна

1. Уманский Я.С. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.И. Иванов. – М.: Металлургия, 1982. – 630 с.
2. Русаков А.А. Рентгенография металлов / А.А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977. – 490 с.
3. Кушта Г.П. Рентгенографія металів: учб. посіб. для студентів фіз. і металург. спец. вузів / Г.П. Кушта. – Львів: вид-во Львів. ун-ту, 1959. – 387 с
4. Горелик С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ / С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков. – М.: Металлургия, 1994. – 328 с.
5. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография / С.А. Салтыков. – М.: Металлургия, 1976. – 271 с.
6. Куницький Ю.А. Електронна мікроскопія / Ю.А. Куницький, Я.І. Купіна. – К.: Либідь, 1998. – 392 с.
7. Афтандіянц Є.Г. Матеріалознавство: підручник / Є.Г. Афтандіянц, О.В. Зазимко, К.Г. Лопатько. – Київ: Вища освіта, 2012. – 548 с.

Допоміжна

1. Практическая растровая электронная микроскопия /Под ред. Дж. Гоулдстейна и Х. Яковица. - М.: Мир, 1978. – 655 с.
2. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии / Г. Шиммель. – М.: Мир, 1972. – 284 с.
3. Казіміров В.П. Рентгенографія кристалічних матеріалів: навч. посіб. / В.П. Казіміров, Е.Б. Русанов. – К.: ВПЦ «Київський університет», 2016. – 287 с.
4. Лабораторний практикум із курсу "Методи структурного аналізу матеріалів": для студ. фіз.-тех. ф-ту ДНУ / Укл.: А. Ф. Санін, С. О. Полішко; Дніпропетровський нац. ун-т ім. О. Гончара. – Д.: РВВ ДНУ, 2014. – 32 с.

Додаток А
Довжини хвиль ліній К-серії (в ангстремах)

Випромінювання	λ_{β}	λ_{α_1}	λ_{α_2}	$\lambda_{\alpha_{cep}}$
<i>Cr</i>	2,08480	2,28962	2,29351	2,29092
<i>Fe</i>	1,75653	1,93597	1,93991	1,93728
<i>Co</i>	1,62075	1,78892	1,79278	1,79020
<i>Cu</i>	1,39217	1,54051	1,54433	1,54178
<i>Mo</i>	0,63225	0,70926	0,71354	0,71069

Додаток Б

Міжплощинні відстані d_{HKL} та відносні інтенсивності ліній для фаз

$d_{HKL}, 10^{-10}, \text{м}$	I, %	$d_{HKL}, 10^{-10}, \text{м}$	I, %	$d_{HKL}, 10^{-10}, \text{м}$	I, %
$Al (a=4,0488 \text{ \AA})$		$Ge (a=5,6576 \text{ \AA})$		$Cu (a=3,6148 \text{ \AA})$	
2,330	100	3,266	100	2,08	100
2,020	40	2,000	47	1,80	86
1,430	30	1,706	39	1,28	71
1,219	30	1,414	7	1,083	86
1,168	7	1,298	10	1,038	56
1,012	2	1,157	17	0,904	29
0,928	4	1,089	7	0,826	56
0,905	4	1,000	3	0,806	42
0,826	1	0,956	11	0,735	42
0,778	1	0,895	6	$Mo (a=3,1470 \text{ \AA})$	
$Ag (a=4,0853 \text{ \AA})$		0,863	4		
		2,360	100	0,817	2
2,040	53	0,792	8	1,57	36
1,445	27	$Nb (a=3,3010 \text{ \AA})$		1,281	57
1,232	53			2,33	100
1,179	5	1,65	20	0,995	23
1,022	1	1,34	32	0,908	7
0,938	8	1,16	6	0,841	27
0,915	5	1,16	6	0,787	3
0,834	3	1,041	10	0,742	14
0,786	4	0,950	1	0,704	11
0,691	4	0,879	6	0,672	9
$NbC (a=3,3010 \text{ \AA})$		$Cr (a=2,8840 \text{ \AA})$		0,643	6
				0,617	14
2,36	100	$Pt (a=3,9242 \text{ \AA})$		$Pt (a=3,9242 \text{ \AA})$	
2,22	80				
1,57	80	1,436	40	2,25	100
1,339	80	1,172	60	1,95	30
1,282	50	1,014	50	1,382	16
1,109	30	0,909	60	1,178	16
1,018	72	0,829	20	1,128	3
0,993	80	0,768	70	0,978	1
0,906	80	0,718	10	0,897	3
		0,677	40	0,874	2

$d_{HKL}, 10^{-10}, \text{м}$	I, %	$d_{HKL}, 10^{-10}, \text{м}$	I, %	$d_{HKL}, 10^{-10}, \text{м}$	I, %
$\overset{\circ}{Si} (a=5,4248 \text{ \AA})$		$\overset{\circ}{W} (a=3,1652 \text{ \AA})$		$\overset{\circ}{Pb} (a=4,9507 \text{ \AA})$	
3,136	100	2,23	100	2,85	100
1,924	60	1,58	29	2,47	50
1,638	35	1,29	71	1,74	50
1,357	8	1,117	17	1,49	50
1,246	13	1,000	29	1,428	17
1,108	17	0,913	6	1,134	17
1,045	9	0,846	34	1,105	17
0,959	6	0,745	11	$\overset{\circ}{Ta} (a=3,3025 \text{ \AA})$	
0,918	11	0,707	6		
0,858	9	0,674	6	2,33	100
0,828	5	0,622	6	1,65	20
0,785	5	$\overset{\circ}{Au} (a=4,0789 \text{ \AA})$		1,346	30
$\overset{\circ}{Ni} (a=3,5232 \text{ \AA})$				1,165	5
		2,038	100	2,35	100
1,766	50	2,03	53	0,954	3
1,250	40	1,439	33	0,881	5
1,250	40	1,227	40	0,825	6
1,067	60	1,173	9	$Ni_3(Ti,Al) (\gamma' - \text{фаза})$	
1,022	10	1,019	3		
0,884	2	0,935	9	3,56	сл.
0,812	20	0,910	7	2,52	сл.
0,791	16	0,832	4	2,06	С.
0,723	10	0,784	4	1,78	Ср.
0,681	10	$\overset{\circ}{\alpha - Fe} (a=2,8660 \text{ \AA})$		1,59	сл.
0,625	2			1,453	сл.
$\overset{\circ}{VC} (a=3,03-3,42 \text{ \AA})$		2,02	100	1,259	Ср.
		1,43	15	1,187	сл.
2,40	100	1,17	38	1,125	сл.
2,07	100	1,01	10	1,072	Ср
1,469	50	0,907	8	1,029	Ср.
1,251	35	0,825	3	0,987	д.сл.
1,199	10	0,764	10		
1,039	5	0,673	3		
0,952	5	0,638	3		
0,929	10				

Додаток В

Кристалічні структури металів та неметалів

Елемент	Символ	Атомний номер, z	Відносна атомна маса, A	Густина, ρ г/см ³	Модифікація	Тип ґратки	Періоди комірки, нм	
							a	c
Серебро	Ag	47	107,88	10,5	-	ГЦК	0,40853	-
Алюміній	Al	13	26,97	2,7	-	ГЦК	0,40488	-
Миш'як	As				-	Ромбоєдр.	0,37598	1,05475
Золото	Au	79	197,2	19,3	-	ГЦК	0,40789	-
Барій	Ba				-	ОЦК	0,501	-
Берилій	Be	4	9,013	1,84	α (<1254 °C)	ГШУ	0,22858	0,35843
					β (>1254 °C)	ОЦК		
Вісмут	Bi	83	209,00	9,743	-	Ромбоєдр.	0,45460	1,1862
Вуглець	C	6	12,01	2,3	Графіт	Гексагон.	0,2464	0,6711
				3,51	Алмаз	Кубічна	0,35669	
Кадмій	Cd	48	112,41	8,648	-	ГШУ	0,29787	0,56166
Кобальт	Co	27	58,94	8,71	α (<400 °C)	ГШУ	0,25071	0,40695
					β (>400 °C)	ГЦК	0,3554	
Хром	Cr	24	52,01	7,1	-	ОЦК	0,2884	-
Мідь	Cu	29	63,54	8,93	-	ГЦК	0,36148	-
Залізо	Fe	26	55,85	7,87	α (<911 °C)	ОЦК	0,28665	
					γ (911-1392 °C)	ГЦК	0,3656	-
					δ (>1392 °C)	ОЦК	0,2930	
Германій	Ge	32	72,59	5,36	-	типу алмазу	0,5658	
Гафній	Hf	72	178,6	13,3	α (<1740 °C)	ГШУ	0,3198	0,5061
					β (>1740 °C)	ОЦК	0,3500	
Індій	In	49	114,76	7,28	-	ГЦТ	0,32512	0,49467
Іридій	Ir	77	192,2	22,42	-	ГЦК	0,38390	-
Калій	K	19	39,096	0,851	-	ОЦК	0,53298	-
Магній	Mg	12	24,32	1,741	-	ГШУ	0,32089	0,52103
Марганець	Mn	25	54,93	7,42	α (< 727 °C)	Кубічна	0,89139	
					β (727 – 1095 °C)	Кубічна	0,6313	
					γ (1095 – 1133 °C)	ГЦК	0,3862	

Елемент	Символ	Атомний номер, z	Відносна атомна маса, A	Густина, ρ г/см ³	Модифікація	Тип ґратки	Періоди комірки, нм	
							a	c
Молібден	Mo	42	95,95	9,01	δ (>1133 °C)	ОЦК	0,3080	-
Натрій	Na	11	23,00	0,971	-	ОЦК	0,31470	-
Ніобій	Nb	41	92,91	8,4	-	ОЦК	0,33002	-
Нікель	Ni	28	58,69	8,6-8,9	-	ГЦК	0,35232	-
Осмій	Os	76	190,2	22,5	-	ГЦУ	0,27353	0,43191
Свинць	Pb	82	207,21	11,342	-	ГЦК	0,49507	-
Паладій	Pd	46	106,7	12,16	-	ГЦК	0,38874	-
Платина	Pt	78	195,23	21,37	-	ГЦК	0,39242	-
Реній	Re	75	186,31	20,53	-	ГЦУ	0,27609	0,44576
Родій	Rh	45	102,91	20,53	-	ГЦК	0,38034	-
Рутеній	Ru	44	101,7	12,06	-	ГЦУ	0,2700	0,4275
Сурма	Sb	51	121,76	6,618	-	Ромбоedr.	0,43084	1,1274
Скандій	Sc	21	44,96	2,5	-	ГЦУ	0,3308	0,5267
Кремній	Si	14	28,09	2,37	-	типу алмазу	0,54286	-
Олово	Sn	50	118,70	7,184	α (<13 °C)	типу алмазу	0,6491	-
					β (>13 °C)	Тетрагон.	0,58315	0,31814
Тантал	Ta	73	180,95	16,6	-	ОЦК	0,33025	-
Титан	Ti	22	47,90	4,5	α (<882,5 °C)	ГЦУ	0,29508	0,46855
					β (>882,5 °C)	ОЦК	0,3606	-
Ванадій	V	23	50,95	5,96	-	ОЦК	0,30271	-
Вольфрам	W	74	183,92	18,6-19,1	-	ОЦК	0,31652	-
Ітрій	Y				α (<1490 °C)	ГЦУ	0,36509	0,57388
					β (>1490 °C)	ОЦК		
Цинк	Zn	30	65,38	6,92	-	ГЦУ	0,26646	0,49461
Цирконій	Zr	40	91,22	6,44	α (<862 °C)	ГЦУ	0,3232	0,5147
					β (>862 °C)	ОЦК	0,3620	
Церій	Ce	58	140,13	6,9	α (<800°C)	ОЦК	0,5143	
					β (>800 °C)	ГЦУ	0,3650	0,5960