

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

Н. Н. БУЙНОВ и Р. М. ЛЕРИНМАН

**ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ  
СТРУКТУРЫ СТАЛИ**

*(Представлено академиком И. П. Бардиным 29 VII 1943)*

Исследование структуры поверхности металлов при помощи трансмиссионного электронного микроскопа обычно проводится с помощью методов реплик. Сущность этих методов заключается в получении очень тонких пленок — копий, называемых репликами, прозрачных для электронов и воспроизводящих рельеф исследуемой поверхности. Наиболее распространенными методами являются: методы коллодиевых и формваровых реплик, метод полистироло-кварцевых реплик и метод оксидных реплик. В последнее время применяют также метод оттенивания коллодиевых и формваровых реплик. В этом случае, для увеличения контрастности и разрешающей способности, на реплики в вакууме под косым углом напыляется тонкий слой металла.

Подробное описание всех этих методов имеется в литературе (1—8).

Метод коллодиевых реплик — один из наиболее простых и универсальных методов для исследования структуры поверхности плотных объектов\*. Этот метод особенно ценен для исследования тех материалов, которые нельзя подвергать действию высоких температур и давлений, как это необходимо в методе полистироло-кварцевых реплик, и к которым неприменим метод оксидных реплик.

В литературе имеются противоречивые данные относительно контрастности и разрешающей способности коллодиевых реплик. Некоторые авторы (4), указывая на слабую контрастность коллодиевых реплик, объясняют ее несовершенным смачиванием исследуемой поверхности раствором коллодия. В то же время имеются работы, в которых указывается, что коллодиевые реплики хорошо воспроизводят рельеф поверхности, но что относительно слабая контрастность таких реплик объясняется малым изменением рассеяния электронов с изменением толщины реплики. Шафер и Харкер (6), Маль и другие (7, 8) считают, что коллодиевые и формваровые реплики имеют достаточно хорошую контрастность и разрешающую способность при правильном выборе их толщины.

Исследование реплик проводилось нами на трансмиссионном магнитном электронном микроскопе RCA типа EMU-2A.

Все микроскопические снимки получались с использованием апертуры в линзе объектива, что обеспечивало их высокое качество. Снимки обычно получались при электронном увеличении 7500, а иногда и выше (увеличения указаны на всех приведенных ниже микрофото-

\* То же можно сказать и о методе формваровых реплик.

графиях). В зависимости от исследуемой структуры для травления шлифов использовался ряд реактивов: 4% раствор пикриновой кислоты в спирте, 1 и 4% раствор азотной кислоты в спирте и спиртовый раствор, содержащий 1% хлорного железа и 2% соляной кислоты. Время травления выбиралось таким же, как в случае рассмотрения данной структуры в световом микроскопе при большом увеличении ( $\times 1000$ ).

После травления шлифы тщательно промывались и высушивались струей воздуха. Для получения реплик применялся 1% раствор очищенного коллодия в амилацетате. Отделение реплик от шлифа производилось химическим путем, причем в качестве растворителя употреблялся 25% раствор соляной кислоты в воде.

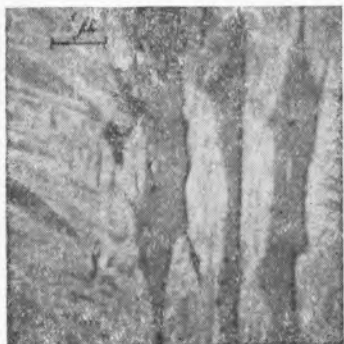


Рис. 1

При этом принятом нами методе отделения коллодиевых реплик нет ограничений в размере образца; реплики получаются очень чистыми, тонкими и довольно прочными. Соответствие изображений различных структур в световом и электронном микроскопах свидетельствует о правильном воспроизведении рельефа травленной поверхности шлифа коллодиевыми репликами.

Метод механического отделения таких пленок в воде, предложенный Шефером и Харкером (6), пригоден только для сравнительно крупных образцов (диаметром 2—2,5 см) и только в случае неглубоко протравливаемых структур (пластинчатый перлит, зернистый цементит).

В остальных случаях этот метод практически неприменим.

Оптимальная толщина реплики соответствует появлению первых интерференционных цветов.

В большинстве случаев реплики получались с довольно высокой контрастностью.

Вышеописанная методика получения коллодиевых реплик была применена к различным по составу и термической обработке образцам стали и во всех случаях дала хорошие результаты. Ниже приводятся несколько примеров.

На рис. 1 приведен снимок реплики с образца конструкционной хромоникелемолибденовой стали, имеющей бейнитную структуру. Образец подвергся следующей обработке: закалка в среде  $450^{\circ}$ —1 час, охлаждение в масле, отпуск  $200^{\circ}$ . В темных полях ферритоподобных выделений отчетливо видны мелкодисперсные карбиды, наименьшие из которых имеют величину порядка 150—200 Å, что значительно меньше разрешающей способности светового микроскопа.

На рис. 2 представлен снимок реплики с образца закаленной быстрорежущей стали марки РФ1. Внутри зерен отчетливо выявилась сетчатая структура, природа которой пока еще неизвестна. Слабо (может быть, из-за недостаточно глубокого травления), но все же видна мартенситная структура. На границах зерен, а также и на субграницах, выявившихся внутри зерен под электронным микроскопом, видны дисперсные выделения округлой формы. Повидимому, это высокодисперсные карбиды. В обычном микроскопе не удается наблюдать структуру границ.

На рис. 3 приведена реплика с образца высокоуглеродистой стали марки У12 после следующей обработки: нагрев  $1200^{\circ}$ —15 мин., закалка в соли  $500^{\circ}$ —15 сек. Реплика сделана с участка, имеющего трооститную структуру. Троостит в обычном микроскопе неразрешим. Элек-

тронно-микроскопическое исследование ясно показывает, что троостит имеет пластинчатое строение.

На рис. 4 (стереоснимок) приведена структура закаленной хромо-марганцовистой стали марки ХГ после электронагрева со скоростью

Рис. 2

400°/сек. без выдержки, с последующим охлаждением в воде. Можно считать, что светлые цепочки вокруг распавшихся игл мартенсита, состоящие из отдельных частиц, представляют собой скопления скогулировавшихся карбидов. Внутри старых распавшихся игл мартенсита видны новые маленькие иголки мартенсита, образовавшиеся в новых зернах аустенита при охлаждении. На микрофотографии этой структуры, сделанной в обычном микроскопе, эти маленькие иголки мартенсита тоже видны, но карбидные цепочки не выявились. Величина этих карбидов лежит за пределами разрешающей способности светового микроскопа.

Проведенные исследования показали, что коллодиевые реплики с различных структур сталей позволяют выявить под электронным микроскопом некоторые новые детали структуры. В то же время изображения структур, воспроизведенных коллодиевыми репликами, соответствуют картине, наблюдаемой в световом микроскопе.

Правда, некоторые явления еще не совсем понятны. При принятой трактовке формирования изображения реплик в электронном микроскопе и существующих представлениях о травлении высокодисперсных структур трудно объяснить тот факт, что на репликах высокодисперсных структур — троостита и отпущенного мартенсита — карбидные участки занимают площадь гораздо большую, чем следует из отно-

Рис. 3

631

сительного содержания феррита и карбидов в этих структурах. Подобные наблюдения были сделаны также Гейденрайхом и Пеком<sup>(4)</sup> при другом методе реплик (полистироло-кварцевых репликах). Повидимому, поскольку ферритные участки вытравливаются сильнее, чем карбидные, то последние при образовании реплик до некоторой степени экранируют первые. Этот вопрос требует специального исследо-

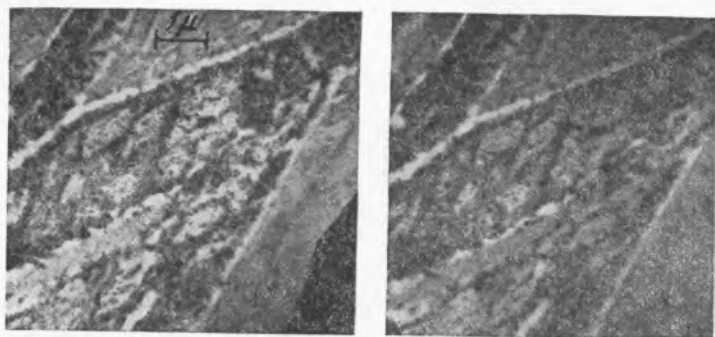


Рис. 4

вания, но не умаляет основных достоинств этого нового метода изучения структур, а именно, значительно большего разрешения.

В заключение мы считаем своим долгом выразить благодарность действительному члену Академии Наук УССР А. П. Комару и проф. В. Д. Садовскому за ряд ценных указаний.

Поступило  
22 VII 1948

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> В. Н. Верцнер, Зав. лабор., 11, 543 (1945). <sup>2</sup> С. Л. Пупко, УФН, 24, 487 (1940). <sup>3</sup> А. И. Фример и С. Л. Пупко, Зав. лабор., 13, 1375 (1947). <sup>4</sup> R. D. Heidenreich and V. Peck, J. Appl. Phys., 14, 23 (1943). <sup>5</sup> R. C. Williams and R. W. G. Wickoff, *ibid.*, 17, 23 (1946). <sup>6</sup> V. J. Schaefer and D. Harker, *ibid.*, 13, 427 (1942). <sup>7</sup> H. Mahl u. F. Pawlek, Arch. Eisenhüttenw., 16, 219 (1942—1943). <sup>8</sup> E. Semmler-Alter, *ibid.*, 16, 223 (1942—1943).