
СОВРЕМЕННЫЕ
ФИЗИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ
В МЕТАЛЛОВЕДЕНИИ

MODERN RESEARCH TECHNIQUES IN PHYSICAL METALLURGY



A SEMINAR ON MODERN RESEARCH
TECHNIQUES IN PHYSICAL METALLURGY
HELD DURING THE THIRTY-FOURTH
NATIONAL METAL CONGRESS
AND EXPOSITION, PHILADELPHIA,
OCTOBER 18 TO 24, 1952, SPONSORED BY
THE AMERICAN SOCIETY FOR METALS

Published by
American Society for Metals
Cleveland, Ohio

СОВРЕМЕННЫЕ ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ В МЕТАЛЛОВЕДЕНИИ

*ПЕРЕВОД С АНГЛИЙСКОГО
под редакцией Я. С. УМАНСКОГО
и Б. Н. ФИНКЕЛЬШТЕЙНА*



ГОСУДАРСТВЕННОЕ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО
ЛИТЕРАТУРЫ ПО ЧЕРНОЙ И ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Москва 1958

АННОТАЦИЯ

В книге изложены физические методы исследования, применяемые в металлведении, оптической и электронной микроскопии, рентгеноструктурном и нейтроноструктурном анализе. Приводятся также специальные методы механических испытаний и применения радиоактивных излучений.

Книга предназначена для работников заводских лабораторий металлургических и машиностроительных заводов, научно-исследовательских институтов и для студентов высших технических учебных заведений.

Редактор И. М. ГРЯЗНОВ

Редактор издательства Э. Ф. КОСОЛАПОВА Технический редактор М. К. АТТОПОВИЧ

* * *

Сдано в производство 20/VI 1957 г.

Подписано к печати 27/III 1958 г.

Бумага 60×92¹/₁₆ 11,13 бум. л. 22,25 печ. л. Уч.-изд. л. 20,74

T-02976

Тираж 6000

Заказ 1786

Цена 16 р. 50 к.

* * *

Типография Металлургиздата, Москва, Цветной бульвар, дом 30

СОДЕРЖАНИЕ

	<i>Стр.</i>
Дж. К. Кел. Оптическая микроскопия	7
Э. У. Мюллер. Электронный проектор	41
Р. Д. Хайденрайх. Электронография и электронная микроскопия металлов	60
Ч. С. Барретт. Техника рентгенографии	83
Б. Е. Уоррен и Б. Л. Авербах. Диффузное рассеяние рентгеновых лучей	109
А. Х. Гейслер. Определение ориентировок кристаллов и полюсных фигур	150
С. Г. Шулл. Техника применения дифракции нейтронов	176
Б. Чалмерс. Рост кристаллов и техника исследования границ кристаллов	193
Э. Паркер и Д. Уошборн. Деформация монокристаллов	210
Дж. Р. Ирвин. Измерение быстрых деформаций	229
Г. Верт. Использование неупругих явлений в металловедении	251
Х. Дж. Вильямс. Ферромагнитные домены	278
М. Б. Бивер. Меченые атомы в технике физического металловедения	306
С. Зигель. Облучение как метод металловедческого исследования ..	342

ПРЕДИСЛОВИЕ

Современное состояние металловедения характеризуется все возрастающим применением новых физических экспериментальных методов исследования, а также усовершенствованием ранее существовавших методов.

Предлагаемая вниманию советских читателей книга «Современные физические методы исследования в металловедении» представляет сборник докладов семинара, организованного Американским обществом металлургов во время 34-го Национального конгресса металлургов в октябре 1952 г.

Доклады, вошедшие в программу семинара, освещают методы, применение которых открыло новые возможности в понимании природы металлов и сплавов.

В сборник входят три доклада по оптической и электронной микроскопии, четыре доклада, охватывающие вопросы рентгеноструктурного и нейтроноструктурного анализа.

Методам выращивания кристаллов и исследования грани зерен посвящен доклад Б. Чалмерса. Метод внутреннего трения, находящий все возрастающее применение при изучении металлов и сплавов, рассматривается в докладе Г. Верта. Один доклад относится к исследованию доменной структуры ферромагнетиков. Последние два доклада посвящены использованию радиоактивных излучений в металловедении. Эта область научно-технических исследований получила в СССР широкое развитие наряду с другими многочисленными методами применения ядерной энергии для мирных целей.

Доклад Г. Верта переведен Н. Б. Либман, доклады Э. Паркера и Дж. Р. Ирвина — Л. Н. Расторгуевым, все остальные — В. И. Рыдником.

ОПТИЧЕСКАЯ МИКРОСКОПИЯ

В области оптической металлографии и связанной с ней техникой микроскопии, применяемой для наблюдения непрозрачных объектов, наиболее значительным вкладом за последние годы явилось внедрение фазоконтрастной микроскопии и отражательных объективов, а также проведение первых опытов по использованию многолучевой интерферометрии в металловедческих исследованиях.

В данной статье изложены только вопросы фазоконтрастной микроскопии и отражательных объективов, так как эти области оптики в настоящее время находятся в состоянии, позволяющем осуществлять серийное производство соответствующих приборов. Метод многолучевой интерферометрии подлежит еще дальнейшей разработке, в частности в применении к металловедению. Возможно, что этот метод уже может быть использован для качественного исследования ряда металловедческих вопросов, для оценки степени совершенства поверхности при полировке, для изучения разрыва защитных пленок на коррозионно-устойчивых материалах, и, как было показано Толанским и Холдейном [1], для исследования процесса образования линий скольжения и иных поверхностных разрывов, обремененных напряжениями. Основы этого последнего метода подробно изложены Толанским [1, 2].

Фазоконтрастная микроскопия

Возможность микроскопического наблюдения структур в прозрачных и непрозрачных образцах — результат контрастности изображения. Она во многих случаях может быть создана соответствующей предварительной обработкой исследуемых образцов, например, травлением и термическим окрашиванием металлографических образцов или изобразительным окрашиванием прозрачных образцов. Это обстоятельство находится в непосредственной связи со способностью человеческого глаза воспринимать в известных пределах разницу между светом разных длин волн, но одинаковых амплитуд (интенсивностей)¹ и, наоборот, между

¹ Интенсивность света прямо пропорциональна квадрату амплитуды световых колебаний.

светом разной интенсивности, но одной длины волны. Однако человеческий глаз не в состоянии оценивать различия в фазе световых волн. Это легко иллюстрируется наблюдением макроскопического объекта через тонкую чистую стеклянную пластинку. При этом, хотя свет всех длин волн будет замедлен по фазе на величину, зависящую от толщины и показателя преломления стеклянной пластинки, объект будет представляться точно таким же, как и при наблюдении его без пластинки. Очевидно, объект в обоих случаях кажется одинаковым из-за отсутствия причин, которые могут изменить контрастность изображения, возникающего на сетчатке глаза.

Свет, проходящий через высокопрозрачный образец, может легко приобрести местные изменения в фазе благодаря наличию в образце структурных элементов, отличающихся от окружающей среды толщиной или показателем преломления, или тем и другим. При исследовании металлографического образца в фазе отраженного света могут возникать местные изменения от небольшого вертикального смещения элемента структуры относительно матрицы, от фаз различного состава, имеющих отличие в оптической активности поверхности, а также от травления и избирательного образования поверхностных пленок, различающихся толщиной и, возможно, показателем преломления. Это зависит от природы фаз, из которых они состоят.

В обычной микроскопии такие различия в фазе света, прошедшего через объектив микроскопа, не могут повлиять на контрастность изображения объекта. Однако в описываемой здесь методике фазоконтрастной микроскопии эти малые разности в фазе искусственно преобразуются в модуляции интенсивности света. Это уже может существенно повлиять на контрастность изображения из-за интерференционных явлений в плоскости изображения объекта. Следовательно, с помощью подобной оптической техники можно сделать видимым элемент структуры, создающий различие в фазе световых колебаний, проходящих через объектив микроскопа даже в том случае, когда этот элемент нельзя обнаружить при наблюдениях обычными методами из-за отсутствия контрастности. Если элемент структуры после соответствующей обработки образца становится видимым, то применение фазоконтрастных методов позволяет еще более увеличить контрастность его изображения.

Хотя фазовый контраст применяется в металлографии сравнительно недавно, он известен уже около 60 лет. Ранние опыты Аббе и Братушека [3] (1892 г.) показали, что, устанавливая фазовые соотношения до образования конечного изображения, можно изменить и даже обратить контраст в микроскопическом изображении. Цернике [4] нашел, что заметные изменения в

контрастности изображения могут быть вызваны при освещении объекта произвольной структуры широким пучком света и внесении фазосдвигающей пластинки для обеспечения апланатизма. Последнее было, вероятно, наиболее успешной демонстрацией фазоконтрастной микроскопии, и патентом, выданным Цернике и компании Цейсс [5], отмечено практическое значение метода. Дальнейшие опыты по методу Цернике проводились многими исследователями, в частности Люсом [6, 7], Кёлером и Люсом [8], а позже — другими, в том числе Беннеттом [9, 10], Острбергом [10—12], Ричардсом [10, 13—16] и Юпником [10, 17].

Фазоконтрастный метод обладает особыми преимуществами при исследовании таких высокопрозрачных объектов, которые характерны для биологии. Такие образцы состоят из структурных элементов, отличающихся от среды показателем преломления, но не обладающих оптическим контрастом. Обычно для создания контраста пользуются техникой изобразительного окрашивания, но во многих случаях при приготовлении образцов происходит физическое искажение структуры. При применении техники фазового контраста искусственное внесение контраста в образец не всегда необходимо. Контрастность позволяет, например, успешно исследовать под микроскопом некоторые виды живых тканей. Отличная контрастность изображения совершенно чистого и прозрачного объекта, достигаемая при использовании фазоконтрастной методики, показана на рис. 1.

В настоящее время считают, что фазовый контраст дает более значительные результаты в микроскопии прозрачных объектов, чем в оптической металлографии. Это обстоятельство связано с естественным различием, существующим между этими двумя типами объектов, а также с различием в самой технике фазоконтрастной микроскопии в применении к прозрачным и непрозрачным объектам.

В отношении фазоконтрастной металлографии опыт показывает, что в ряде случаев этот метод исследования обладает преимуществами по сравнению с методом наблюдения в светлом поле, но благодаря самой природе фазового контраста при интерпретации наблюдаемых структур следует проявлять осторожность, т. е. необходимо хорошо знать оптические принципы этого нового метода. В частности, в случае металлографических структур, обнаруживаемых при травлении или другой обработке образцов, необходимо помнить, что фазовый контраст может возникать не только от собственно фазоконтрастных эффектов, но и от эффектов, обусловленных различием в коэффициентах отражения, от большого рассеяния света и, наконец, от применения кольцевой диафрагмы, необходимой для создания фазового контраста.

Фазоконтрастную микроскопию следует рассматривать как

дополнение к обычным методам наблюдения в светлом поле. В этом смысле ее можно отнести к специальным методам, как например, методы затемненного поля, поляризации и т. п.



Рис. 1. Срез поджелудочной железы головастика *Rana clamitans*, наблюдаемый при положительном фазовом контрасте. Образец имеет толщину 1 мк, неокрашен и совершенно лишен структурного контраста при наблюдении в условиях обычного освещения. $\times 1200$

Общие принципы фазового контраста

Прежде чем перейти к изложению принципов фазоконтрастной микроскопии, целесообразно вкратце описать механизм образования изображения в обычном микроскопе. Образование изображения непосредственно обусловлено дифракцией, происходящей при соответствующем освещении объекта, обладающего тонкой структурой. При этом в объектив попадает весь неотклоненный или прямой свет, а также лучи всех дифракционных порядков, лежащие в пределах угловой апертуры объектива. Интенсивность диффрагировавших лучей и число дифракционных порядков, определяемое апертурой объектива, непосредственно связаны с природой наблюдаемой структуры. При освещении образца когерентным и почти параллельным пучком света (источник света удален почти в бесконечность) в задней фокальной плоскости объектива образуется совокупность дифракционных

изображений спектра удаленного источника света. Эти изображения сами действуют как вторичные источники света, и когда пучки диффрагировавших лучей сводятся с центральным пучком в плоскости конечного изображения, их наложение вызывает модуляции интенсивности света, которые выявляют структуру объекта. Точность, с которой распределение света воспроизводит структуру образца, зависит от количества лучей диффрагировавшего света, собранного объективом.

Важно отметить, что при описанном механизме образование конечного изображения и его контрастность обусловлены интерференционными эффектами. Так как во всех точках дифракционного изображения, существующего в задней фокальной плоскости объектива, фазы световых волн связаны определенным отношением, то, изменяя это отношение с помощью искусственных манипуляций, можно существенно повлиять на интенсивность и контрастность конечного изображения. Это и есть основной принцип фазоконтрастной микроскопии.

На рис. 2 представлены поперечные разрезы ряда элементов идеальной структуры, четыре из которых характерны для прозрачных, а два — для металлографических образцов. В отношении света, проходящего через прозрачные образцы (*а, б, в, г*) и отраженного от непрозрачных (*д, е*) стрелки означают векторы, длины которых указывают на значение относительной интенсивности, а угловое расположение отмечает фазовые соотношения. Согласно общепринятым обозначениям, вращение вектора амплитуды по часовой стрелке указывает на опережение, вращение против нее — на отставание по фазе.

Рис. 2, *а* представляет малый участок амплитудной решетки¹. При микроскопическом наблюдении в условиях соответствующей разрешающей способности распределение света в плоскости конечного изображения этого элемента структуры будет аналогичным распределению для дифракционной решетки. Следовательно, изображение будет представляться состоящим из чередующихся темных и светлых линий. Как будет показано, амплитуда световых колебаний в плоскости конечного изображения резко меняется от нуля до максимального значения. Аналогично для рис. 2, *б* конечное изображение представляется состоящим из темных, светлых и серых линий, что прямо связано с различием в амплитудах.

На рис. 2, *в* показан совершенно прозрачный образец, имеющий малый элемент структуры, слегка вдавленный относительно

¹ Амплитудная решетка, согласно Цернике, состоит из чередующихся линий большей и меньшей прозрачности. См. прим. к стр. 13 и [36]. (Прим. ред).

своего окружения. Показатель преломления, прозрачность матрицы и структурного элемента предполагаются одинаковыми. Благодаря укороченному оптическому пути свет, проходящий через эту вдавленную площадку, будет опережать по фазе свет, проходящий через окружающую среду. Эта разность фаз, однако, ни-

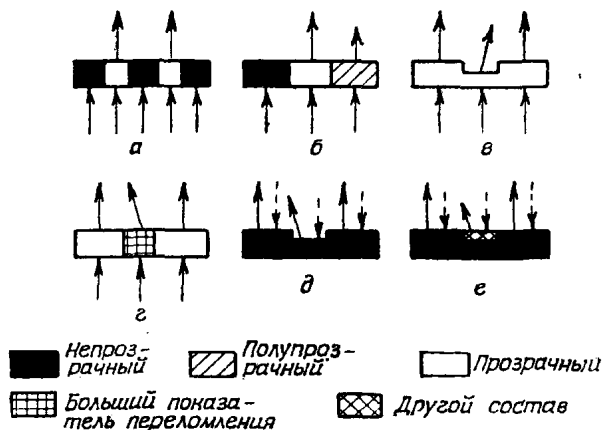


Рис. 2. Поперечный разрез некоторых элементов образцов с идеальной структурой

как не повлияет на контрастность изображения. Амплитуда световых колебаний, как показано на чертеже, не изменяется при прохождении через элемент структуры, и, следовательно, конечное изображение будет казаться равномерно светлым и лишенным деталей.

Аналогично, как показано на рис. 2, г, элемент структуры той же толщины, но с показателем преломления, более высоким, чем у матрицы, не будет вызывать отставание фазы световых колебаний относительно света, прошедшего через окружающую среду. Так как при этом амплитуда остается неизменной, в конечном изображении будет отсутствовать структурный контраст.

В случае рис. 2, д, отраженный свет (сплошные стрелки) от вдавленной площадки будет отставать по фазе относительно света, отраженного матрицей. Как и в случаях прозрачных образцов 2, в и г, элементы структуры, способные вызвать сдвиг фазы, не могут быть обнаружены микроскопически из-за того, что они не влияют на амплитуду световых колебаний. Когда изменение фазы определяется элементом структуры, имеющим строение, отличное от матрицы, структурные детали не обнаруживаются, если только вместе с фазой не меняется и амплитуда, как показано на рис. 2, е.

Важно отметить в отношении примеров идеальной структуры, представленных на чертеже, что сдвиг в фазе колебаний света, прошедшего или отраженного от элемента структуры, не будет влиять на распределение света в плоскости конечного изображения, а без этого невозможно обнаружить подробности структуры. Так как принцип фазоконтрастной микроскопии связан с преоб-

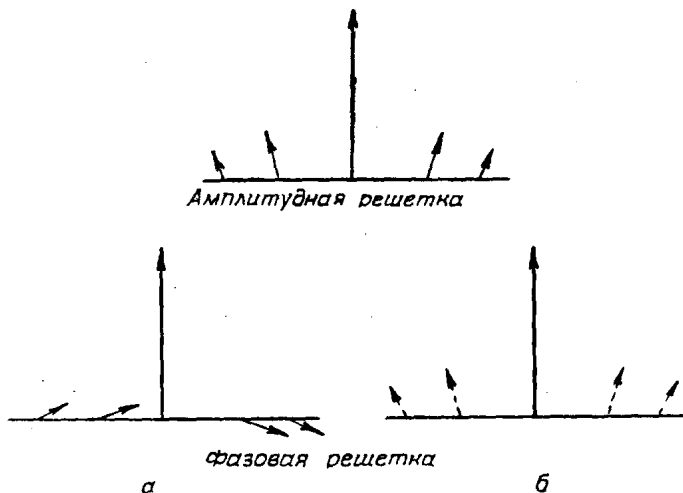


Рис. 3. Векторное представление соотношений интенсивности и фазы центрального максимума, первого и второго дифракционных максимумов для амплитудной и фазовой решеток в случае, когда изменение фазы составляет по порядку величины долю длины световой волны

разованием малых изменений в фазе в изменения интенсивности, сказывающиеся на контрастности изображения, то будет полезно рассмотреть дифракционные спектры от амплитудной и фазовой решеток¹. Цернике показал, что между ними существует значительное различие.

Рис. 3 представляет характерную векторную диаграмму амплитудной и фазовой решеток (рис. 3, а), на которой амплитудные и фазовые соотношения центрального максимума (неотклоненный пучок света) с первым и вторым дифракционными максимумами показаны для задней фокальной плоскости объек-

¹ Амплитудную решетку можно рассматривать как образец с тонкой структурой, состоящей из чередующихся прозрачных и непрозрачных полос (как на рис. 2, а), а фазовую решетку можно изобразить в виде прозрачного образца, состоящего из ряда тонких чередующихся линий или полос с периодическим изменением оптической длины пути (рис. 2, в).

тива. В случае амплитудной решетки, когда диффрактировавшие лучи соединяются с центральным пучком, в плоскости конечного изображения произойдет модуляция интенсивности света, отображающая структуру решетки. Хотя диффракционные спектры в задней фокальной плоскости объектива представляются одинаковыми для амплитудной и фазовой решеток, наложение этих спектров на центральный пучок, при образовании конечного изображения фазовой решетки, будет создавать распределение света, характерное для фазовой решетки, и окончательное изображение будет казаться равномерно светлым.

Если, однако, искусственно вызвать отставание колебаний в диффракционных максимумах фазовой решетки (рис. 3, а) на $\lambda/4$ (90°) или опережение на $3\lambda/4$ (270°) по фазе относительно центрального максимума, то диффракционная картина (рис. 3, б) станет тождественной с картиной амплитудной решетки. При этом чередующиеся полосы с различной оптической длиной пути, представляющие фазовую решетку, станут видимыми в конечном изображении благодаря созданному контрасту.

Фазоконтрастный металлографический микроскоп

Обычный металлографический микроскоп со светлым полем можно превратить в микроскоп для наблюдений в условиях фазового контраста, добавляя кольцевую диафрагму и фазозамедляющее кольцо, располагаемые в задней фокальной плоскости объектива. При освещении, обычно применяемом в микроскопии (освещение Кёлера) изображение источника света формируется в плоскости апертурной диафрагмы или вблизи нее. Если в этой плоскости поместить кольцевую диафрагму нормально к направлению падения света, как показано на рис. 4, то благодаря показанной на чертеже линзе конденсора появится изображение диафрагмы в задней фокальной плоскости объектива. Это изображение диафрагмы будет создаваться еще раз, на бесконечности, с помощью объектива, и после отражения от поверхности образца оно будет накладываться на изображение в задней фокальной плоскости объектива. Здесь изображение кольцевой диафрагмы соберет весь свет, зеркально отраженный от образца, тогда как все диффрактировавшие лучи, полученные объективом, не будут связаны. Следовательно, в задней фокальной плоскости объектива образуются диффракционные изображения кольцевой диафрагмы, смещенные относительно центрального, непосредственно отраженного изображения. Помещая должным образом сконструированное замедляющее кольцо в этой плоскости, можно вызвать изменения фазы в световых колебаниях неотклоненного пучка и света в диффракционных порядках при условии, что фазовое замедляющее кольцо имеет ту же величину, что и дей-

ствительное изображение кольцевой диафрагмы, и оба изображения накладываются друг на друга. Наиболее пригодны фазоконтрастные элементы (диафрагма и фазозамедляющее устройство) кольцевого типа. Однако в принципе можно использовать

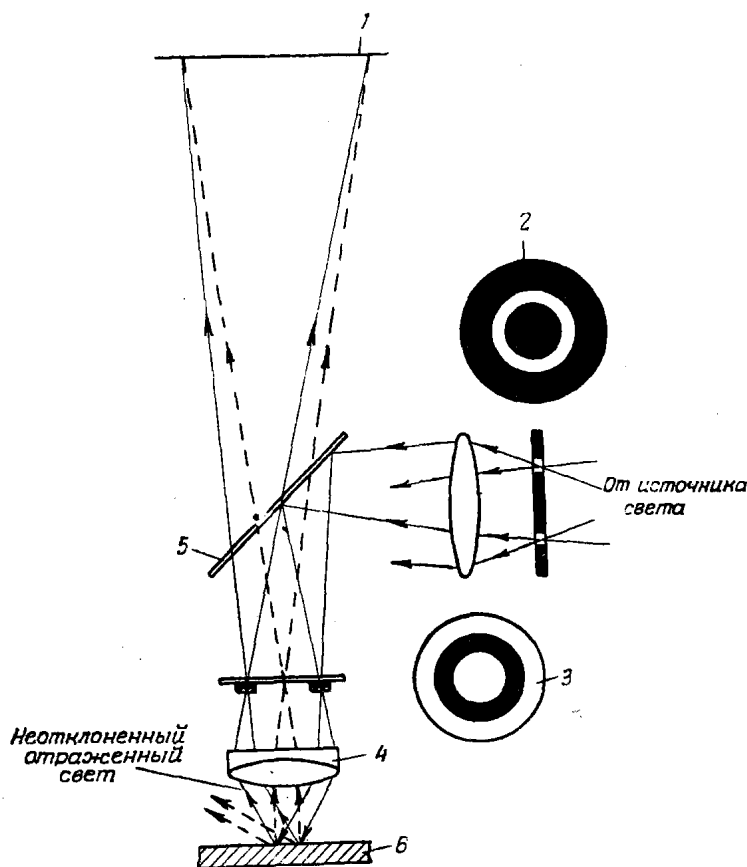


Рис. 4. Ход лучей света в фазоконтрастном металлографическом микроскопе:

1 — фокальная плоскость окуляра; 2 — кольцевая диафрагма; 3 — фазовая пластинка; 4 — объектив; 5 — плоский стеклянный отражатель; 6 — микрошлиф

и другие геометрические формы, например щель или крестообразную диафрагму в соединении с соответственно щелевым или крестообразным фазозамедляющим элементом той же величины, что и изображение входного отверстия.

В фазоконтрастной микроскопии обычно чаще вносят некоторый определенный сдвиг по фазе в колебания неотклоненного пучка, чем меняют фазу колебаний диффрагировавшего света.

Это осуществляется наложением на чистую пластинку из оптического стекла кольца из фтористого магния или другого подходящего диэлектрика; при этом толщина подбирается таким образом, чтобы вызвать отставание колебаний проходящего через нее света на определенную долю длины какой-либо волны. Обычно для металлографических целей колебания неотклоненного пучка света замедляются по фазе относительно диффрактировавшего на $3\lambda/4$ (270°) при длине волны $5700 \text{ \AA}$. При этом, однако, может оказаться более целесообразным, как описано далее, вызвать отставание колебаний зеркально отраженного света на $\lambda/4$ (90°). В принципе, травление кольца до толщины, обеспечивающей опережение неотклоненного пучка в первом случае на $\lambda/4$ (90°) или опережение неотклоненного пучка во втором случае на $3\lambda/4$ (270°), вызывает одинаковый относительный сдвиг фаз.

Для полного использования вклада в контрастность изображения от диффрактировавшего света, который сам по себе имеет малую интенсивность, необходимо либо увеличить его интенсивность, либо уменьшить интенсивность неотклоненного пучка света. Ввиду того, что первое нельзя осуществить без одновременного увеличения интенсивности неотклоненного света, интенсивность последнего уменьшается путем наложения на фазозамедляющее кольцо покрытия из инконеля или алюминия соответствующей толщины и плотности. Описанное фазозамедляющее кольцо, находясь в воздушной среде, не является ахроматическим: показатель преломления покрытия будет возрастать с уменьшением длины волны проходящего через него света. Это позволяет варьировать степень отставания по фазе прямого света при более коротких или более длинных волнах. Поэтому важно, чтобы использовалось освещение объекта, соответствующее в отношении длины волны такому освещению, для которого предназначено покрытие, чтобы обеспечивалось определенное отставание по фазе колебаний неотклоненного пучка света. Если, например, покрытие кольца предназначено для замедления на $\lambda/4$ зеленой линии ртути $5461 \text{ \AA}$, дисперсия должна быть такой, чтобы при длине волны света $4000 \text{ \AA}$ замедление было бы около $3\lambda/4$, а при длине волны $7000 \text{ \AA}$ — приблизительно $\lambda/3$. При работе в проходящем свете размер изображения кольцевой диафрагмы изменяется в зависимости от фокусного расстояния объектива, так как в фазоконтрастной микроскопии необходимо совмещение изображения кольцевой диафрагмы с фазосдвигающим кольцом. Поэтому для обеспечения указанного совмещения при различных объективах необходимо изменять величину либо фазосдвигающего кольца, либо кольцевой диафрагмы. Более целесообразно при одной кольцевой диафрагме и одном фазовом кольце применять дополнитель-