



УДК 669

Поступила 10.09.2013

А. Г. АНИСОВИЧ, И. Н. РУМЯНЦЕВА, ГНУ «Физико-технический институт НАН Беларуси»

ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНО-ИНТЕРФЕРЕНЦИОННОГО КОНТРАСТА

Рассмотрено применение дифференциально-интерференционного контраста для визуализации поверхности металлов и сплавов. Приведены примеры дифракционного окрашивания участков поверхности образцов, различающихся по высоте.

The application of differential interference contrast to visualize the surface of metals and alloys was considered. The examples of diffraction staining of sample surface areas, varying in height were given.

Исследования структуры металлов и сплавов в металлографии проводятся преимущественно по методу «светлого поля», в основе которого лежит принцип отражения пучка световых лучей от поверхности полированного образца (шлифа). Этот метод является достаточным для решения большинства металловедческих задач. Тем не менее, при использовании светлопольного освещения не всегда возможно получить контрастное изображение. Это может быть связано как с трудностями в подборе состава травящего реактива, так и с наличием специфической морфологии поверхности образца.

Задача повышения контраста изображения может быть решена, в том числе при использовании цветового анализа структуры. Обычно в металлографии методы цветового анализа (исследования фазового состава или ориентировки зерен) основываются на различии в химической активности фаз сплавов и производятся методом цветного травления. Толщина оксидной пленки, формирующейся при травлении, и ее состав при этом различны для каждой фазы, что обуславливает различие отражения и преломления света на соответствующих участках поверхности и, следовательно, ее цвет при наблюдении в оптическом микроскопе. Методом цветного травления посвящена специальная литература, в частности [1]. При цветном травлении видимый цвет фаз обусловлен физико-химическими процессами на поверхности образца и является условным, поскольку использование различных реактивов может создавать разные цветовые сочетания и окрашивать одну и ту же фазу в различные цвета. На практике любое травление

оказывается цветным; современные видеокамеры и фотоаппараты вполне могут различить оттенки цветов, которые раньше было достаточно трудно анализировать.

Для цветового анализа структуры могут быть применены оптические способы контрастирования. Это связано с тем, что поверхность металлов может изменять фазу отраженных лучей. Человеческий глаз не воспринимает оптической разности фаз, но реагирует на изменение интенсивности и цвета (длины волны). Поэтому в методе фазового контраста изменение фазы отраженного света переводят в изменение интенсивности (или цвета), что делает видимыми особенности структуры [2].

Одним из эффективных методов контрастирования является дифференциально-интерференционный контраст (ДИК), который появился вследствие развития метода поляризационной микроскопии [2]. В основе метода наблюдения лежит интерференция поляризованного света [4]. Метод ДИК в наибольшей степени применяется в медицине и биологии [5, 6] как для проходящего, так и для отраженного света. Он позволяет визуализацию объектов с минимальными различиями по высоте неровностей поверхности в нанометровом диапазоне. Как пример использования метода ДИК в металлографии можно привести работу [7]. Применение ДИК позволяет повысить контраст изображения и увеличить разрешающую способность микроскопа за счет получения «псевдостереоэффекта».

В настоящее время метод ДИК редко применяется в металлографии, так как требует наличия

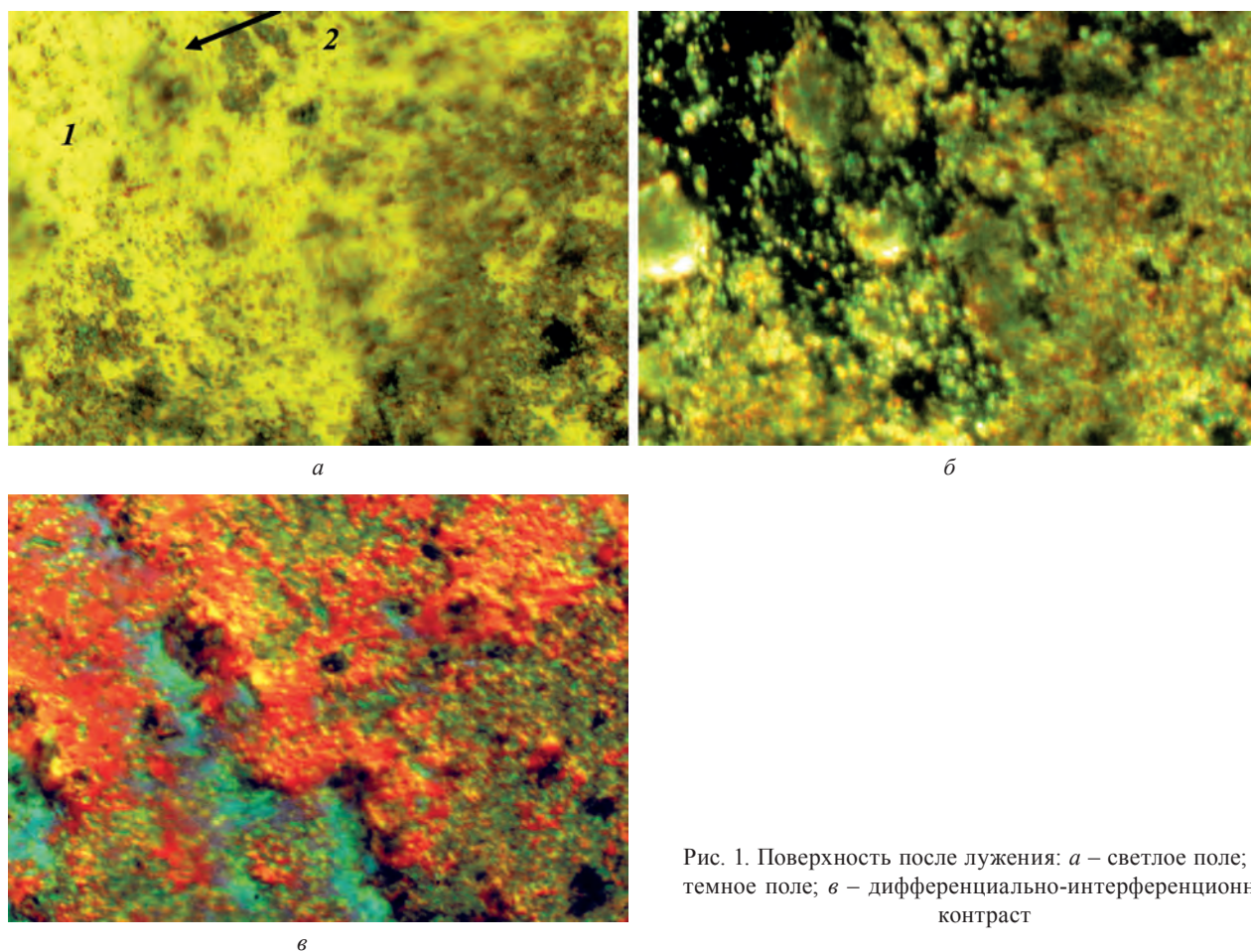


Рис. 1. Поверхность после лужения: *а* – светлое поле; *б* – темное поле; *в* – дифференциально-интерференционный контраст

специального узла микроскопа, оборудованного призмами Волластона или Номарского. Помимо этого, изображение структуры получается цветным, а опубликование результатов исследований с цветными иллюстрациями проблематично по экономическим соображениям.

Результатом анализа с применением метода ДИК является цветовая картина материала, где участки поверхности, различающиеся по высоте, окрашены в разные цвета. Различия в высоте участков образца могут быть связаны с:

- наличием рельефа на поверхности, связанного с изготовлением образца (когда металлографическая полировка не производилась); в [4] были приведены принцип и схема формирования изображения в ДИК на примере окрашивания шаровой поверхности;
- различной способностью фаз к истиранию при приготовлении металлографического шлифа.

Анализ рельефа на поверхности образца зачастую является целью исследования, когда необходимо проанализировать морфологию поверхностей, созданных плазмой, наплавкой, механической обработкой и т. д. В этом случае приготовление шлифа на такой поверхности невозможно.

Рельеф на поверхности может быть сформирован, в частности лужением. ДИК выявляет участки поверхности, различно ориентированные относительно оси объектива. Плоскость, расположенная перпендикулярно оси объектива (стрелка *1* на рис. 1, *а*), в светлом поле имеет максимальную четкость и полностью освещена (рис. 1, *б*), в темном поле она имеет черный цвет (не освещена), в ДИК она окрашена красным (рис. 1, *в*). Светлопольное изображение имеет участки нечеткости (например, отмечено стрелкой *2*). Этот участок «светится» в темном поле, т. е. он располагается под углом к участкам типа *1*. В ДИК эти участки окрашены зелено-голубым и располагаются выше плоскости *1*. Участки, имеющие в ДИК зеленый цвет, располагаются в промежуточном положении по вертикали относительно плоскости *1* и участков типа *2*. Рассмотрение данного образца в ДИК позволяет оценить разницу в рельефе поверхности. Светлое поле такой возможности не дает, в темном поле возможно только установить соотношение ровных и наклонных участков.

Другим примером является фольга быстро закристаллизованного сплава Pb-20%Sn (рис. 2). Фольга имеет толщину порядка 30 мкм и изготовить шлиф с ее плоскости невозможно, поэтому

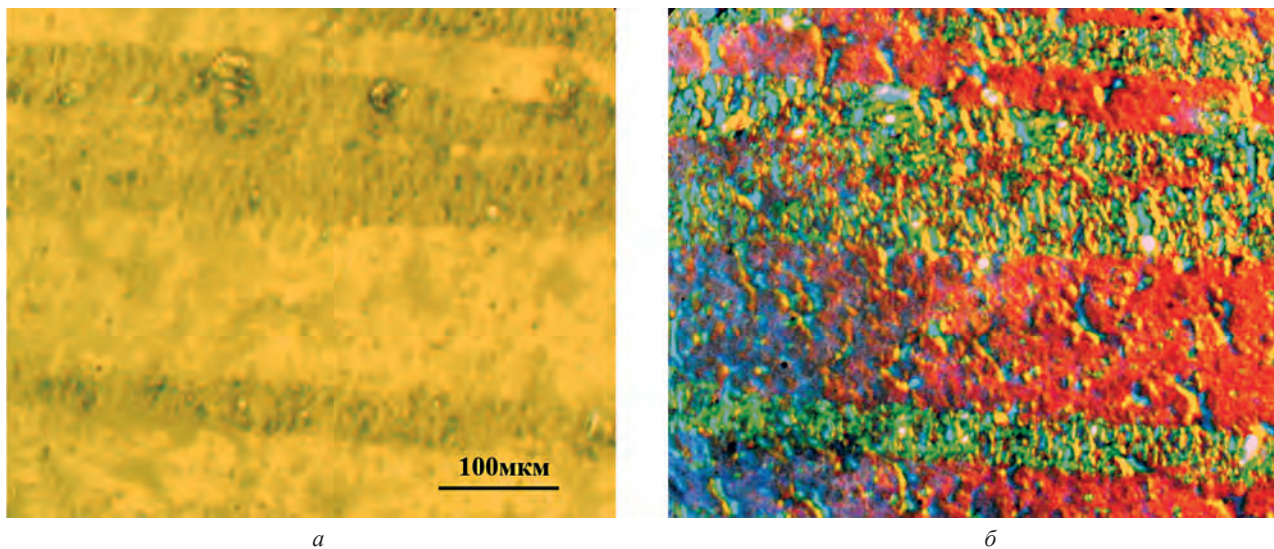


Рис. 2. Поверхность фольги быстро закристаллизованного сплава Pb-20%Sn: *a* – светлое поле; *б* – дифференциально-интерференционный контраст

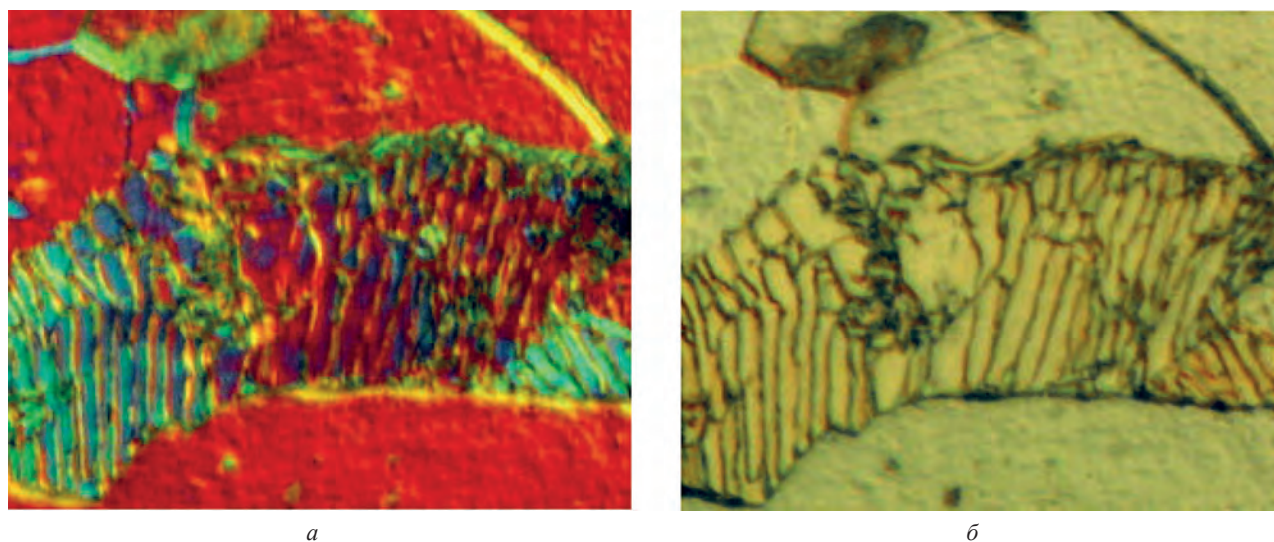


Рис. 3. Структура перлита в ДИК-призме (*a*) и светлом поле (*б*). $\times 2000$

рассматривается поверхность, сформированная в процессе кристаллизации. Эта поверхность не идеально перпендикулярна оси объектива и на левой стороне рис. 2, *a* есть нерезкий участок. В ДИК он проявляется в голубом цвете (при данной настройке призмы). Поскольку глубина резкости при использовании метода ДИК повышается, то структура поверхности видна отчетливо. Красные и зеленые полосы соответствуют участкам структуры разной дисперсности и, вероятно, имеющим различный состав (рис. 2, *б*).

Далее рассмотрим примеры поверхностей, сформированных металлографической полировкой. На рис. 3 показана феррито-перлитная структура углеродистой стали. Перлит представляет собой более твердую фазу, чем феррит, и, следовательно, при полировке истирается в меньшей степени и по элементарным соображениям должен выступать над плоскостью шлифа. Соответствен-

но в ДИК перлит и феррит будут окрашены в различные цвета (рис. 3, *a*). Поскольку перлитные колонии имеют разную ориентацию, то в ДИК каждая из них имеет свой цвет или оттенок. В светлом поле фазы различаются только оттенками серого цвета (рис. 3, *б*).

Разница в высоте различных фаз над плоскостью шлифа позволяет анализировать и более сложные случаи. На рис. 4, *a* представлена структура сложнолегированного заэвтектического силумина. В светлом поле на кристаллах избыточного кремния наблюдаются эффекты, которые можно принять за поры, грязь – за счет полировки, включения фаз. При использовании метода ДИК видно, что это включения фаз, в данном случае было установлено, что это частицы карбида кремния.

Пример «псевдостереоэффекта» представлен на рис. 5. Остеклованное включение в силумине в светлом поле хорошо различимо только в том

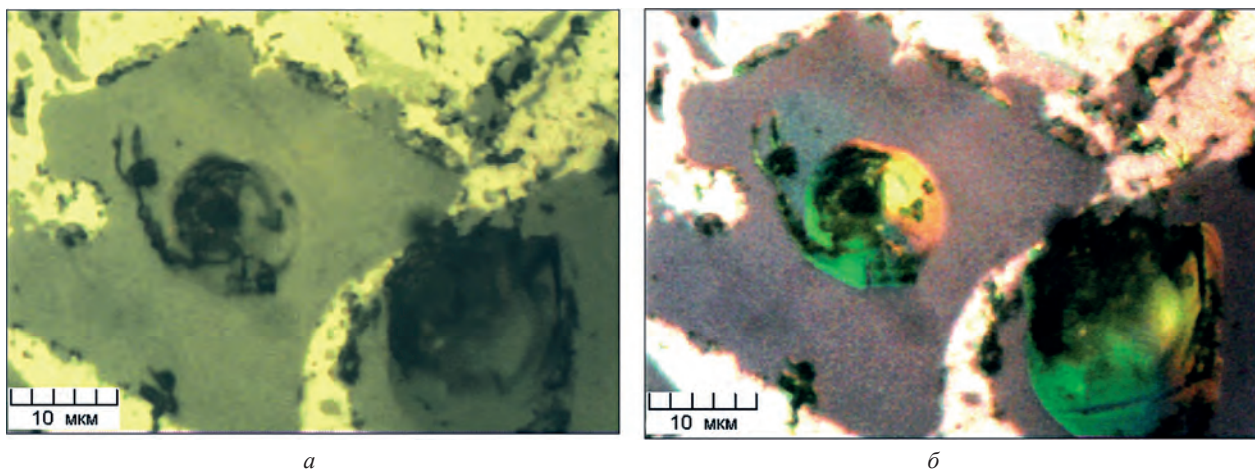
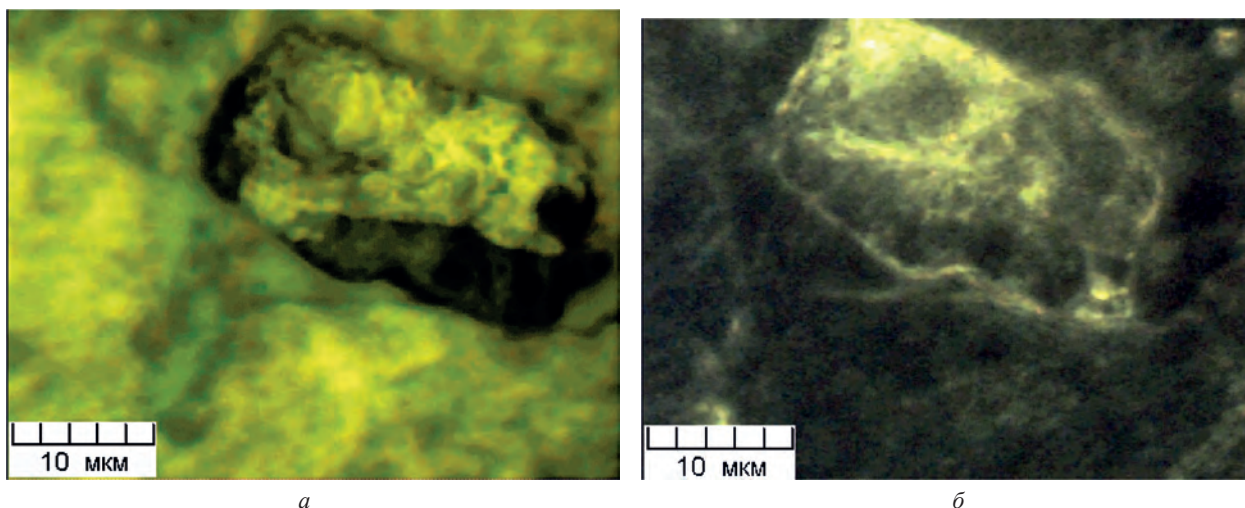
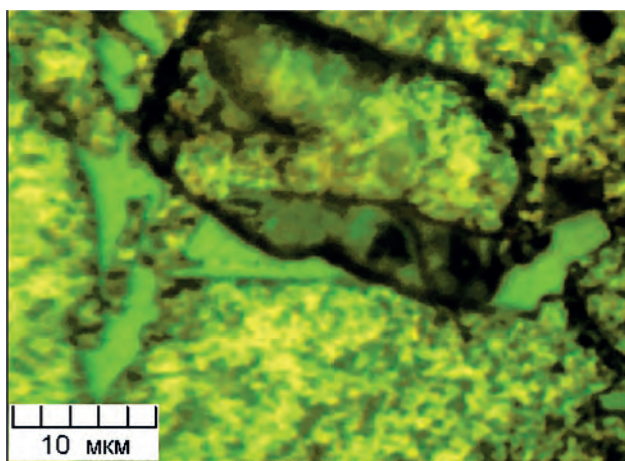


Рис. 4. Частицы карбида кремния в кристаллах избыточного кремния заэвтектического силумина: *а* – светлое поле; *б* – дифференциально-интерференционный контраст



а *б*



в

Рис. 5. Остеклованное включение в силумине: *а* – изображение в светлом поле; *б* – в темном поле; *в* – дифференциально-интерференционный контраст

случае, если резкость наведена на его поверхность. Структура сплава при этом «не в резкости» (рис. 5, *а*). Темное поле в данном случае не информативно (рис. 5, *б*). В ДИК за счет повышения глубины резкости (рис. 5, *в*) все детали структуры видны хорошо.

Процесс травления помогает визуализировать структуру в ДИК, так как травление создает на по-

верхности дополнительный рельеф за счет химического воздействия на границы фаз и зерен. На рис. 6 показан вариант визуализации структуры латуни. Шлиф протравлен на микроструктуру. Светлопольное изображение (рис. 6, *а*) позволяет рассмотреть границы зерен, определить наличие двойников. Применение ДИК-призмы (рис. 6, *б*) позволяет различить особенности строения двой-

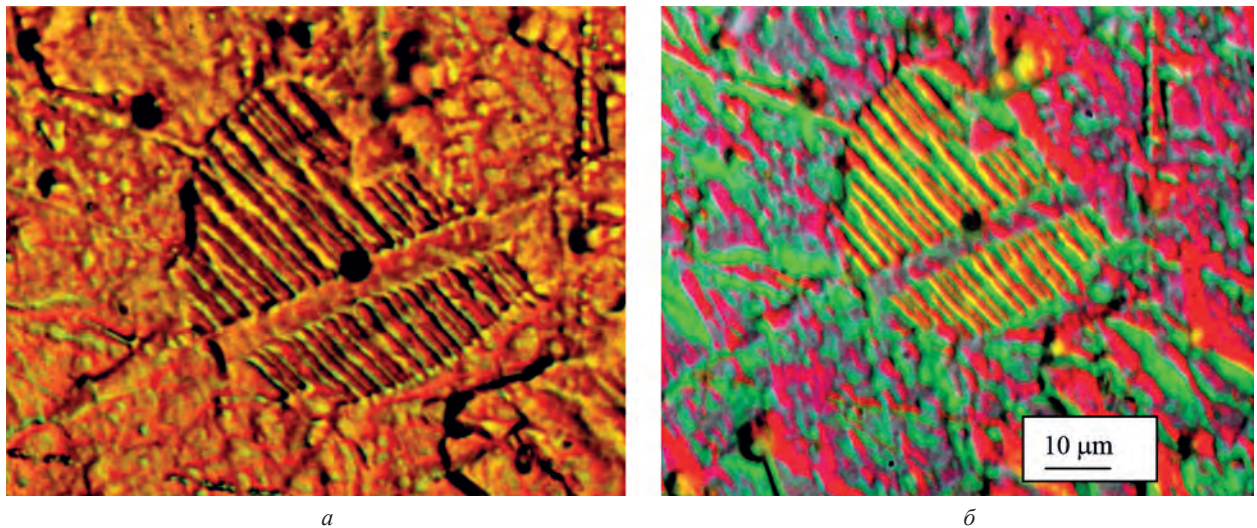


Рис. 6. Структура латуни: *а* – светлое поле; *б* – дифференциально-интерференционный контраст

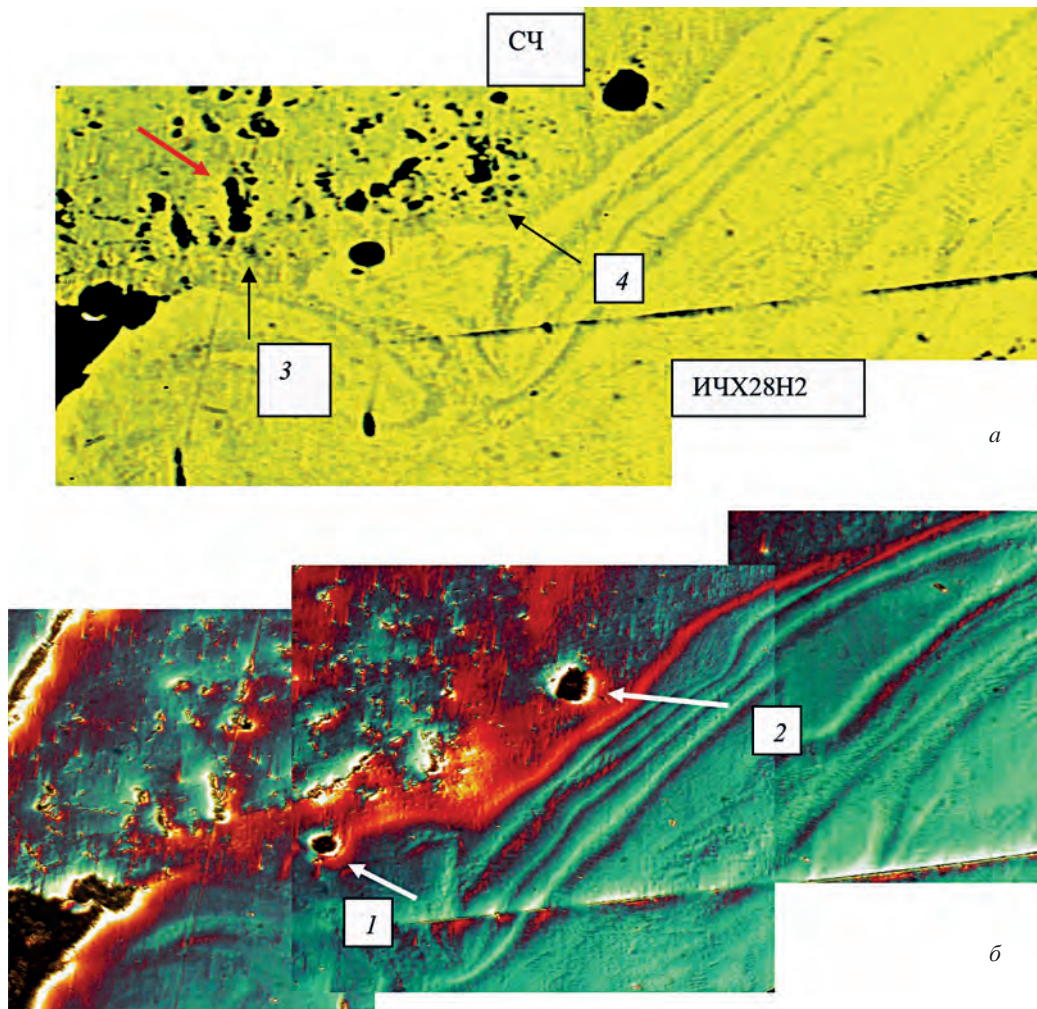


Рис. 7. Структура граничной зоны наплавки: *а* – светопольное изображение; *б* – дифференциально-интерференционный контраст

ников, качественно оценить изменение субструктуры. В ДИК возможно рассмотреть детали изображения, не видимые в светлом поле: поперечный двойник в центре имеет сложную структуру – на зеленом фоне просматриваются полосы двойников красного цвета.

Применение метода ДИК позволяет визуализировать наплавленные слои. На рис. 7 представлен поперечный шлиф слоя легированного чугуна, наплавленного на серый чугун; травление не производилось. Изображение, полученное по методу светлого поля, отредактировано на максимальную

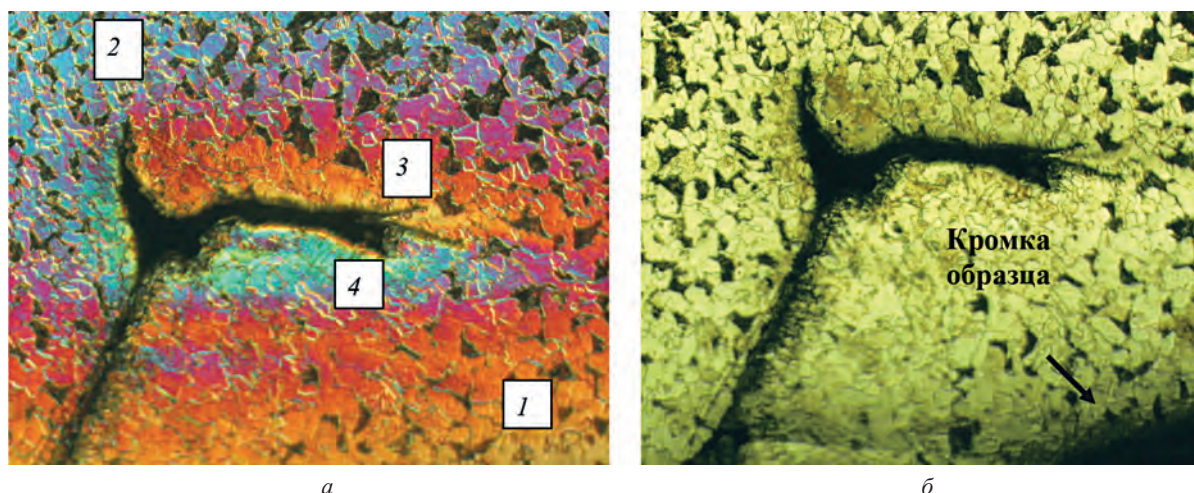


Рис. 8. Формирование рельефа в зоне распространения трещины: *а, в* – дифференциально-интерференционный контраст; *б, г* – изображение в светлом поле. $\times 160$

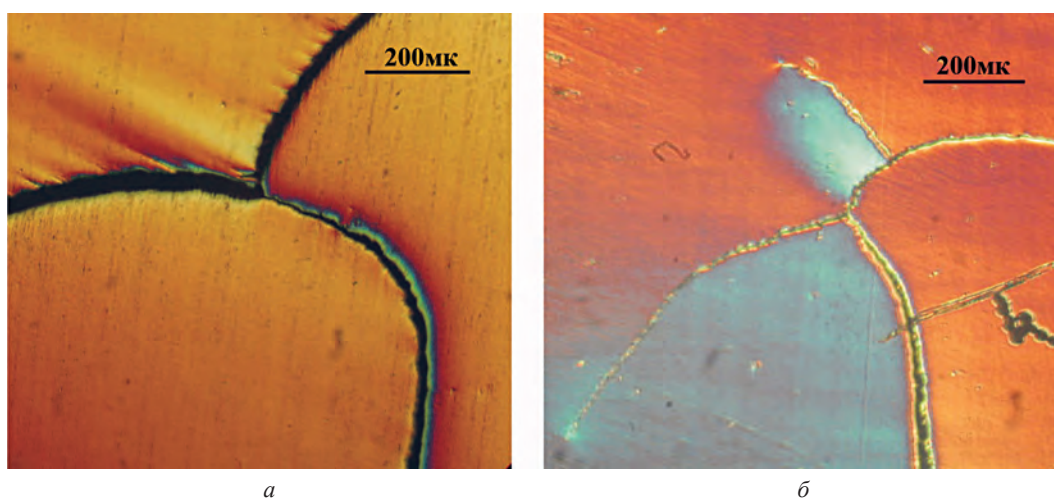


Рис. 9. Поверхность шлифа шарика после испытаний на разрушение

контрастность (рис. 7, *а*). Тем не менее, оно не дает представления об особенностях зоны сплавления. Полосы вдоль линии сплавления возможно отнести за счет артефактов при изготовлении шлифа. Изображение в ДИК (рис. 7, *б*) дает представление о рельефе поверхности, а также показывает, что материал наплавки (голубой) более плотный, обладающий большей стойкостью к истиранию, так как располагается выше металла-основы (красный). Использование метода ДИК позволяет идентифицировать крупные поры на границе наплавленной зоны по изменению цвета вокруг них (стрелки 1 и 2), а также мелкую пористость (рис. 7, *а*). Причем не все черные участки, видимые на рис. 7, *а* как поры (красная стрелка), видятся таковыми при использовании ДИК. В частности, участки, обозначенные стрелками 3, 4, представляют собой вогнутые участки материала (рис. 7, *б*). В центре такой области возможно присутствует мелкая пора, которой не видно при используемом увеличении.

Применение метода ДИК позволяет предоставить качественную картину поведения материала в окрестностях поры или трещины. Пример представлен на рис. 8 для участка краевой зоны образца стали 14Х2Н2. Трещина распространяется от края образца. Вокруг трещины наблюдается обезуглероженная зона.

Формирование зоны 1 на рис. 8, *а* (переход от красного к желтому) связано с «завалом» на краю образца за счет полировки. Основная площадь образца имеет (в соответствии с настройкой призмы) голубой цвет (зона 2). На рис. 8, *а* участок 3, расположенный над трещиной, опускается относительно плоскости шлифа, участок 4 остается вровень с поверхностью шлифа (голубой). В светлопольном освещении эффект изменения уровня поверхности не выявляется (рис. 8, *б*). Изменение цвета может характеризовать (качественно) действие внутренних напряжений. В процессе раскрытия трещины в участках материала по обе стороны от нее процесс релаксации внутренних напряжений может

проходить неравномерно. При этом края трещины смещаются неодинаково по вертикали и соответственно окрашены в различные цвета в ДИК.

На рис. 9 показаны фотографии поверхности шлифов подшипниковой стали, изготовленных после испытаний шарика на разрушение. Изменение цветовой гаммы поверхности свидетельствует об изменении высоты одних участков шлифа относи-

тельно других. При скомпенсированной схеме распределения напряжений цвет поверхности в ДИК-призме практически не изменяется в поле зрения (рис. 9, а). При формировании в образце нескомпенсированной схемы напряженного состояния интерференционная окраска неравномерна, около трещин наблюдаются зоны, окрашенные в различные цвета (рис. 9, б).

Литература

1. Киселева С. А. Цветная металлография / С. А. Киселева Г. А. Файвилевич. М.: Государственное издательство литературы черной и цветной металлургии, 1960.
2. Кларк Э. Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э. Р. Кларк, К. Н. Эберхардт. М.: Техносфера, 2007.
3. Пантелеев В. Г., Егорова О. В., Клыкова Е. И. Компьютерная микроскопия. М.: Техносфера, 2005.
4. Анисович А. Г. Применение поляризованного света в анализе металлов и сплавов // *Литье и металлургия*. 2012. № 3(67) С. 147–151.
5. Seung ah Lee, Seong Ho Kang. Integrated optical molecular imaging system for four-dimensional real-time detection in living single cells // *Biosensors and Bioelectronics*. 2012. N 31. P. 393–398.
6. Jennifer Anne de Villiers & Nicolette Nadene Houreld & Heidi Abrahamse. Influence of Low Intensity Laser Irradiation on Isolated Human Adipose Derived Stem Cells Over 72 Hours and Their Differentiation Potential into Smooth Muscle Cells Using Retinoic Acid. *Stem Cell Rev and Rep*. 2011. N 7. P. 869–882.
7. Determination of the Peltier coefficient for gallium arsenide in a vertical Bridgman furnace. Michaela E. K. Wiegel, David H. Matthiesen // *Journal of Crystal Growth*. 2011. P. 20–24.