

УДК 669.017 + 539.216

А. Г. АНИСОВИЧ

**ИСКУССТВО МЕТАЛЛОГРАФИИ:
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОВ ОПТИЧЕСКОГО КОНТРАСТИРОВАНИЯ***Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск, Беларусь,
anna-anisovich@yandex.ru*

Рассмотрены методы оптического контрастирования в металлографии. Обсуждаются оптические эффекты на поверхности образцов при анализе структуры с применением апертурной диафрагмы, темнопольного освещения, поляризованного света и хроматического освещения. Проиллюстрировано применение дифференциально-интерференционного контраста для анализа сложных поверхностей.

Ключевые слова: оптическое контрастирование, поляризованный свет, темнопольная микроскопия, дифференциально-интерференционный контраст.

G. ANISOVICH

ART OF METALLOGRAPHY: APPLICATION OF OPTICAL STAINING METHODS*Physical Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus,
anna-anisovich@yandex.ru*

Methods of optical staining are considered for metallography. Optical effects are reviewed for surfaces of samples during the analysis process using aperture diaphragm, dark-field illumination, polarized light and chromatic illumination. The application of differential interference contrast (DIC) is illustrated for composite surface analysis.

Keywords: optical staining, polarized light, dark-field microscopy, differential interference contrast

В серии статей, посвященных юбилею Физико-технического института НАН Беларуси, появление статьи о металлографии закономерно. Металлография является начальным этапом исследования металлов и сплавов, а в настоящее время также и любых материалов методами оптической микроскопии.

Исторически металлография считалась частью металловедения, которая изучает влияние химического состава и обработки (термической, химико-термической, давлением и пр.) на структуру металлов и сплавов. В настоящее время значение металлографии определяется тем, что внутреннее строение металлов и сплавов – один из основных факторов, определяющих физико-химические и эксплуатационные свойства металлических изделий.

В эти юбилейные для Физико-технического института дни сектору металлографического и рентгеноструктурного анализа исполняется 10 лет. Мы выполняем рентгеноструктурный и металлографический анализ в соответствии с тематикой исследований, проводимых в институте. Такая работа позволила, в частности, приобрести опыт исследования структуры разнообразных материалов как металлических, так и неметаллических, которые, казалось бы, затруднительно анализировать с помощью металлографического микроскопа.

Исходя из опыта нашей работы, а также следуя определениям терминов, данных в энциклопедии, металлография есть искусство [1]. Искусство (наряду с наукой) – один из способов познания реальности и взаимодействия с ней [2]. С одной стороны, металлография является одним из способов познания реальности, а именно строения и структуры разнообразных материалов (что может быть более реально, чем материалы на службе у человека?). С другой стороны, такое познание невозможно без мастерства высокого уровня в области владения практическими методами структурного анализа материалов. Металлография также не может существовать в отрыве от

эстетически выразительных форм структур материалов, потому что совершенная (эстетическая) форма структуры, как правило, связана с наличием у материала хороших свойств (механических, эксплуатационных). Поэтому собственно творческая художественная деятельность является неотъемлемой частью металлографии и заключается в выборе наиболее выразительных изображений структуры металлов, сплавов, неметаллических материалов.

К тому же структуры материалов – это еще и просто необычайно красиво! Часто используется, например, термин «мир металла» и это действительно целый мир, обладающий красотой форм и оттенков, которые человеческий глаз воспринимает только через различную освещенность или окраску. Однако различий в отражательной способности и цвете металлических фаз (представляющих собой важнейшие элементы структуры) бывает недостаточно для их визуализации; они должны быть *контрастированы*. Поэтому элементы структуры материала для их различия должны иметь яркостной или цветовой контраст [3]. Это значит сделать элементы структуры материала видимыми и различимыми для глаза или оптического сенсора при данном увеличении.

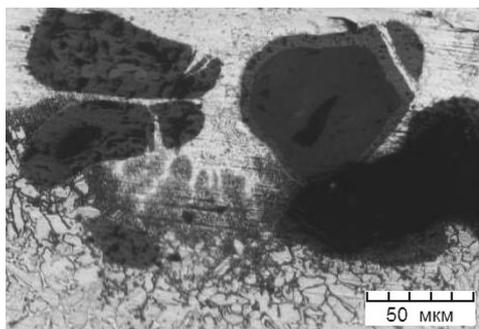
Настоящая статья посвящена анализу и иллюстрации современных методов металлографического контрастирования при исследовании в отраженном свете (в отличие от анализа «на про-свет», применяемого в медицине и биологии, где также используются свои методы контрастирования) с использованием металлографического микроскопа. Рассмотрение таких вопросов важно, прежде всего, в методическом плане, поскольку без этого невозможна грамотная интерпретация структуры материалов.

Современные металлографические микроскопы имеют достаточно возможностей для контрастирования изображения объекта. Чаще всего это разнообразные методы освещения. В современной металлографии широко используются такие методы контрастирования [1, 4], как диафрагмирование при анализе в светлом поле (светлопольная микроскопия); освещение полым конусом света (темнопольная микроскопия); освещение цветным (хроматическим) светом; освещение поляризованным светом; интерференционное контрастирование объекта.

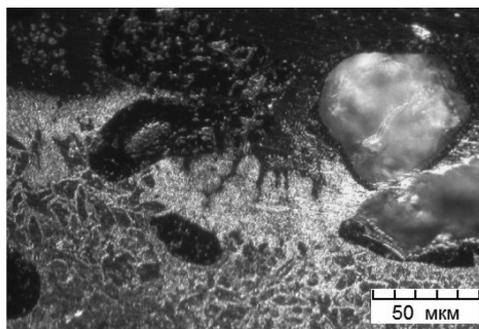
Взаимодействие данных методов в одном исследовании позволяет установить характер наблюдаемых оптических эффектов на поверхности металлов и неметаллических материалов и сделать определенное заключение о причинах их возникновения.

Сравнение эффектов при различных способах освещения демонстрирует рис. 1, где показано видоизменение структуры оксидной системы, полученной самораспространяющимся высокотемпературным синтезом. Освещение по методу светлого поля проявляет не все детали структуры (рис. 1, а). Применение темного поля (рис. 1, б) визуализирует сформировавшиеся крупные частицы и дендритную структуру; в поляризованном свете (рис. 1, в) видны включения непрореагировавших материалов как локализованных, так и рассеянных в междендритных пространствах (стрелки).

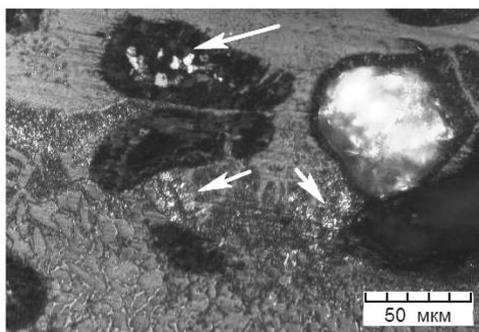
Наиболее распространенным средством контрастирования в металлографии является *апертурная диафрагма*, которой оснащены практически все модели металлографических микроскопов. Апертурная диафрагма (действующая диафрагма) – специально установленная диафрагма, которая ограничивает пучки лучей, выходящие из точек предмета, расположенных на оптической оси и проходящих через оптическую систему. С увеличением диаметра входного зрачка (действующего отверстия оптической системы) растет освещенность изображения. Уменьшение до известного предела действующего отверстия оптической системы (диафрагмирование) улучшает качество изображения, так как при этом из пучка лучей устраняются краевые лучи, на которых в наибольшей степени сказываются аберрации. Диафрагмирование увеличивает также глубину резкости. В то же время уменьшение действующего отверстия снижает разрешающую способность оптической системы из-за дифракции света на краях диафрагмы. В связи с этим апертура оптической системы должна иметь оптимальное значение, что достигается подбором диаметра входного зрачка (рис.2). Как правило, апертурная диафрагма используется при освещении объекта по методу светлого поля. При иных схемах освещения введение апертурной диафрагмы может приводить к значительному снижению освещенности объекта. При этом детали структуры полностью или частично затемнены. Эффект воздействия полевой диафрагмы не столь значителен [1].



a



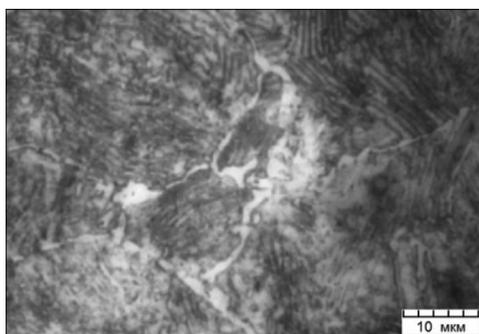
б



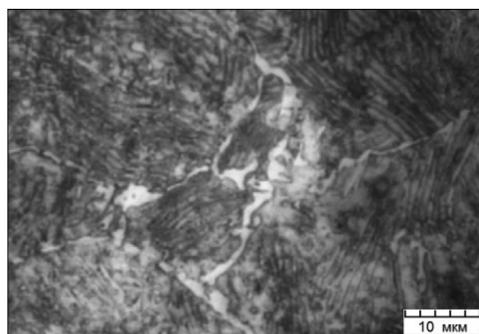
в

Рис. 1. Видоизменение структуры образца системы NiTi+TiO при изменении способа освещения в микроскопе: *a* – светлое поле, *б* – темное поле, *в* – поляризованный свет

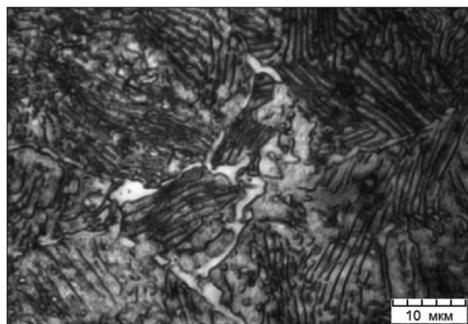
Физическая основа метода *темнопольного освещения* – блокировка центральных лучей конуса света, исходящего из объектива. Таким образом, объект освещается только лучами, наклонными к оптической оси объектива. При этом объект окрашен в свои естественные цвета. В прошлом темнопольный метод освещения являлся основным при исследовании неметаллических включений в сталях и сплавах. С развитием металлографического оборудования появилась возможность его применения для анализа более сложных объектов. Например, в [5] именно анализ



a



б



в

Рис. 2. Видоизменение структуры заэвтектоидной зоны цементованного армо-железа при снижении диаметра входного зрачка апертурной диафрагмы: *a* – 6, *б* – 3, *в* – 1

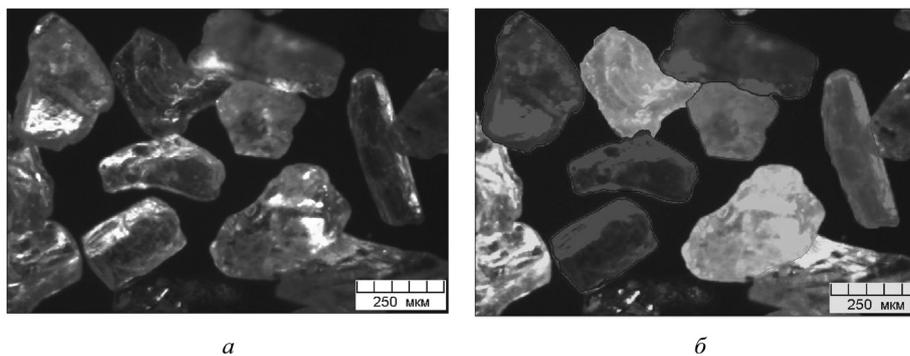


Рис. 3. Частицы корундового песка в темном поле (а) и соответствующая маска изображений объектов (б)

в темнопольном освещении позволил выявить причины снижения ударной вязкости трубных сталей. Темнопольное освещение при исследовании гранульных и порошковых объектов дает возможность реальной автоматизации количественной металлографии [6], поскольку разница в яркости цветных объектов и темного фона позволяет идентификацию объектов в программе обработки изображений практически без ручной корректировки (рис. 3). В исследовательской практике метод темного поля представляется наиболее востребованным, так как позволяет анализ многочисленных структурных эффектов [7] – трещин, несплошностей, упрочненных слоев и т. п.

Микроскопы прошлых лет были оснащены цветными фильтрами, что имеет место и в современных микроскопах. Практика показала, что исследование в *хроматическом свете* не находит

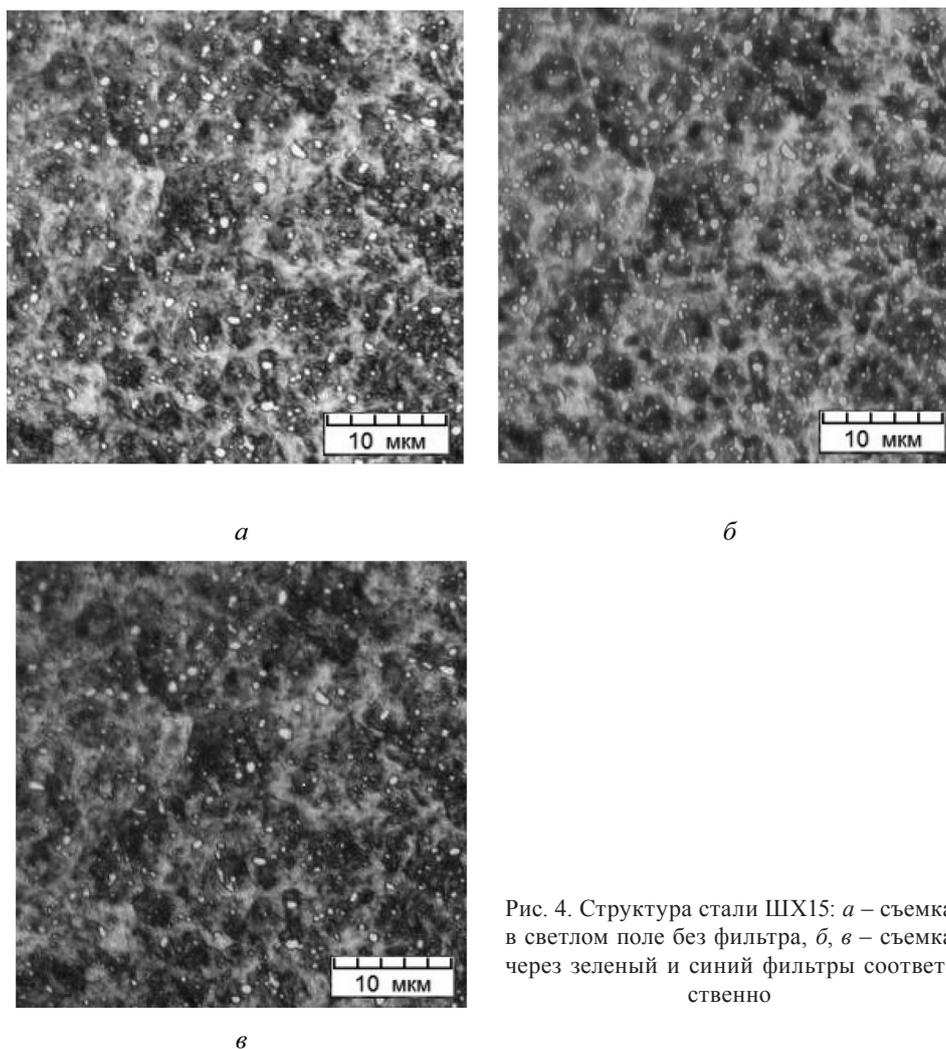


Рис. 4. Структура стали 3ХХ15: а – съемка в светлом поле без фильтра, б, в – съемка через зеленый и синий фильтры соответственно

в металлографии существенного применения (рис.4). Структура стали ШХ15 удовлетворительно наблюдается при использовании обычного отраженного света без цветного фильтра, применение которого снижает контраст и резкость изображения из-за наличия «лишнего» стекла в оптической системе.

Поляризованный свет традиционно использовался в металлографии для выявления неметаллических включений в металлах и сплавах (визуализируется изменение поляризации света при взаимодействии с объектом). Классический пример, который наиболее часто встречается в научной литературе, – взаимодействие поляризованного света с прозрачными глобулярными включениями силикатов (рис. 5) [8]. Формирование при этом специфической световой фигуры – темного креста на фоне интерференционных колец – является доказательством наличия кристаллического включения (рис. 5, в). Совершенство световой фигуры зависит от ориентации оптической оси включения относительно оси объектива, а также от совершенства формы включения.

Другой пример формирования оптических эффектов на поверхности приведен на рис. 6. При окислении алюминиевого сплава получено покрытие с недостаточным блеском. При рассмотрении в микроскопе выявились дефекты поверхности. Как в светлом (рис. 6, а), так и в темном поле (рис. 6, б) природа дефектов не определена, ясно только то, что имеются дефекты, причем рассеивающие свет, отчего покрытие и выглядит матовым. Интерференционные кольца, подобные таковым на рис. 5, на светлопольном и темнопольном изображениях отсутствуют, по этому признаку дефект не является прозрачной частицей. В поляризованном свете (рис. 6, в) формирование световых фигур позволяет подтвердить сферическую форму крупных и мелких дефектов, хотя световые фигуры и несовершенны. Изменение фокусировки оптической системы микроскопа позволяет увидеть дно крупного дефекта. Это доказывает, что он является сферической порой, образовавшейся, вероятно, в процессе, подобном питтинг-коррозии.

Дифференциально-интерференционный контраст (ДИК) менее знаком металловедам, поскольку требует дополнительного оснащения микроскопа. Однако он необходим при исследовании сложных объектов, структура поверхности которых может быть весьма информативна при трактовке реализующихся процессов. При использовании светлопольного освещения не всегда возможно получить контрастное изображение, хотя некоторые образцы и могут изменять фазу отраженных лучей. Человеческий глаз не воспринимает оптической разности фаз, но реагирует

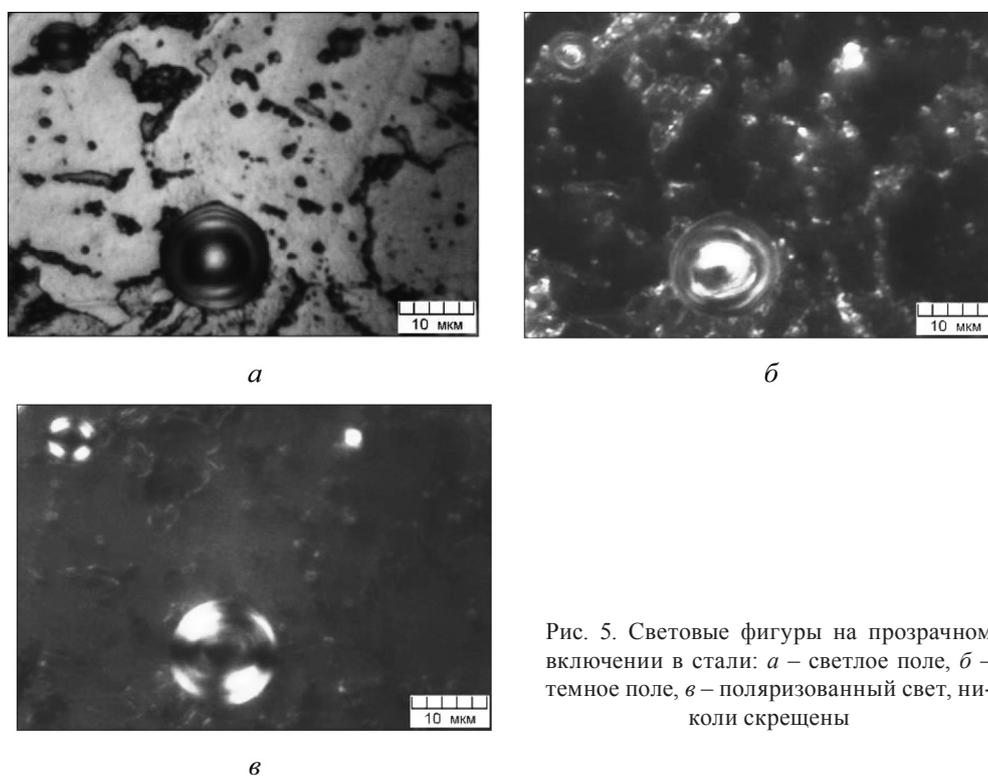
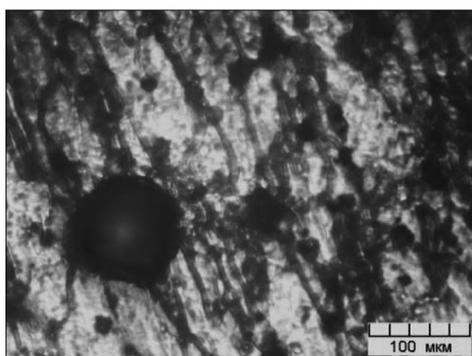
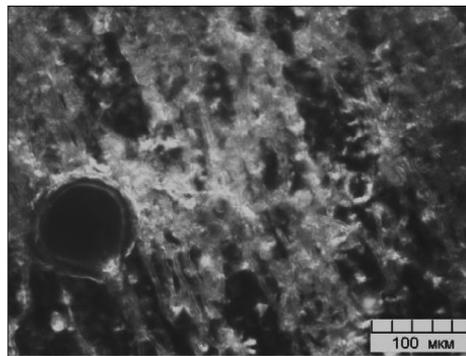


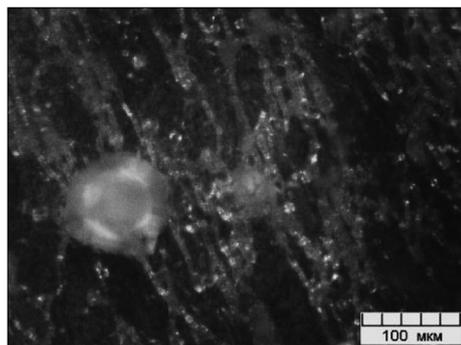
Рис. 5. Световые фигуры на прозрачном включении в стали: а – светлое поле, б – темное поле, в – поляризованный свет, николи скрещены



a



б



в

Рис. 6. Поверхность оксидированной детали из сплава Д16: *a* – светлое поле, *б* – темное поле, *в* – поляризованный свет [1]

на изменение интенсивности и цвета (длины волны). Поэтому в методе фазового контраста изменение фазы отраженных лучей переводят в изменение интенсивности (или цвета), что делает видимыми особенности структуры [9].

В классической металлогрфии в основе методов цветового анализа структуры (исследования фазового состава или величины зерна) лежит различие в химической активности фаз при цветном травлении. Толщина окисной пленки, формирующейся при травлении, и ее состав при этом различны для каждой фазы. Это обуславливает различие отражения и преломления света на соответствующих участках поверхности и, следовательно, ее цвет при исследовании в оптическом микроскопе. Методам цветного травления посвящена специальная литература, в частности [10]. При данном способе травления видимый цвет фаз 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.

Получить цветное изображение структуры можно также при использовании метода ДИК [11]. Он может применяться для визуализации минимальных различий по высоте или неровностей на поверхностях [7]. При этом используются двулучепреломляющие призмы Волластона и Номарского, при помощи которых реализуется интерференция поляризованного света.

Визуально этот принцип выражается в том, что поверхность образца освещается поляризованным монохроматическим светом, имеющим определенную длину волны (окраска синим или красным, или зеленым и т. д.). Если поверхность образца совершенно плоская, то все ее участки окрашиваются одинаково. При горизонтальном перемещении призмы цвет плоской поверхности будет изменяться в соответствии со шкалой интерференционных цветов [10]. Если имеется небольшая ступень (перепад) на поверхности образца, то его участки, лежащие выше или ниже основной плоскости поверхности, будут иметь собственный цвет. Если поверхность изогнутая, то можно видеть одновременно несколько цветов или весь спектр. Практически этот метод является «обратным» тому, который применяется в кристаллографии для определения толщины про-

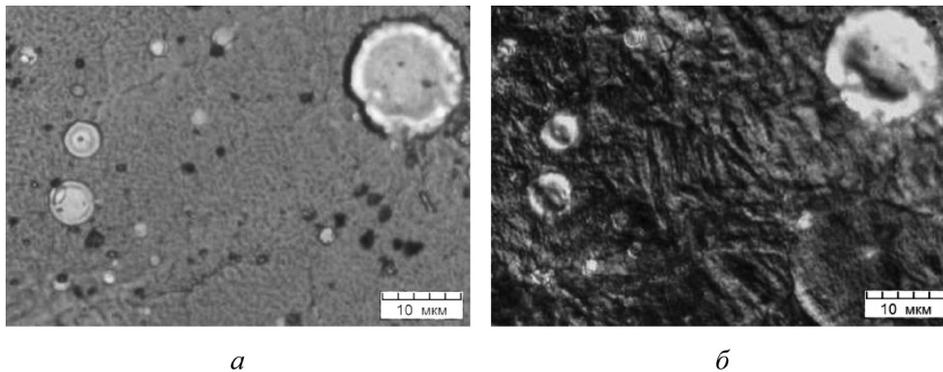


Рис. 7. Морфология поверхности, обработанной компрессионной плазмой: *а* – светлое поле, *б* – дифференциально-интерференционный контраст

зрачных кристаллов. При изучении объектов в отраженном свете с использованием дифференциально-интерференционных устройств наблюдается повышение контраста отдельных участков объекта с близкими по значениям коэффициентами отражения, что дает дополнительную информацию о структуре объекта. При этом последний кажется рельефным. Метод позволяет анализировать рельеф образца.

Применение ДИК позволяет повысить контраст изображения и увеличить разрешающую способность микроскопа за счет получения «псевдостереоэффекта». На рис. 7 показана роль ДИК при анализе поверхности армко-железа, сформированной компрессионной плазмой азота. В светлом поле (рис. 7, *а*) структура поверхности проявляется не полностью. Причиной этого является развитый рельеф, для визуализации которого не хватает глубины резкости. При использовании ДИК (рис. 7, *б*) на поверхности выявляется структура азотистого мартенсита [12].

Как было отмечено, творческая компонента металлографического анализа позволяет находить наиболее красивые варианты изображения структуры. В заключение хотелось бы отметить, что получаемые нами изображения структуры должны обладать еще одним необходимым свойством – информативностью, которая является основой металлографического исследования. Максимальная информативность изображения достигается оптимальным сочетанием форм оптического контрастирования так, чтобы на изображении структуры не осталось «белых пятен»

Список использованной литературы

1. Металлография [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://structure.by/>. – Дата доступа: 06.10.2015.
2. Искусство [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://ru.wikipedia.org/wiki/>. – Дата доступа: 06.10.2015.
3. Металлографическое контрастирование [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://metallischekiy-portal.ru/>. – Дата доступа: 06.10.2015.
4. Методы оптического контрастирования [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://ru.wikipedia.org/wiki/>. – Дата доступа: 06.10.2015.
5. Анисович, А. Г. Использование темнопольного изображения для идентификации фазовых составляющих трубных сталей / А. Г. Анисович, С. М. Красневский, М. К. Степанкова // *Литье и металлургия*. – 2012. – № 1. – С. 99–103.
6. Анисович, А. Г. Возможности использования темнопольного освещения для анализа несвязанных объектов / А. Г. Анисович // *Литье и металлургия*. – 2013. – Т. 69, № 1. – С. 116–122.
7. Анисович, А. Г. Практика металлографического исследования материалов / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева. – Минск: Беларуская навука, 2013. – 221 с.
8. Анисович, А. Г. Применение поляризованного света в анализе металлов и сплавов / А. Г. Анисович // *Литье и металлургия*. – 2012. – № 3. – С. 146–151.
9. Кларк, Э. Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э. Р. Кларк, К. Н. Эберхардт. – М.: Техносфера, 2007. – 376 с.
10. Киселева, С. А. Цветная металлография / С. А. Киселева, Г. А. Файвилевич. – М.: Металлургия, 1960. – 109 с.
11. Анисович, А. Г. Визуализация поверхности методом дифференциально-интерференционного контраста / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева // *Литье и металлургия*. – 2013 – № 3. – С. 156–162.
12. Investigation of structure of iron surface layer formed by plasma nitriding. *Plasma physics and plasma technology* / A. G. Anisovich [et al.] // *Contributed papers of VII intern. conf. «Plasma physics and plasma technology»*, Minsk. – Minsk, 2012. – Vol. 1. – P. 384.

Поступила в редакцию 15.10.2015