МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ ТА НАУКИ УКРАЇНИ

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

Методичні вказівки до лабораторного практикуму «ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ РЕЛАКСАЦІЙНИХ ПРОЦЕСІВ У КРИСТАЛІЧНИХ ОБ'ЄКТАХ»

для студентів III-V курсів фізичного факультету

Рекомендовано кафедрою фізики кристалів. Протокол № 3 від 27.03.13.

Харків ХНУ 2013

Рекомендовано методичною комісією фізичного факультету XHУ ім. В.Н. Каразіна, протокол №5 від 23.05.2013 р.

Методичні вказівки до лабораторного практикуму «Експериментальні методи дослідження релаксаційних процесів у кристалічних об'єктах» для студентів ІІІ – V курсів фізичного факультету, які спеціалізуються у галузі фізики твердого тіла /Упорядник В.В. Богданов. – Харків, ХНУ ім. В.Н. Каразіна, 2013. – 39 с.

Процеси релаксації, тобто переходу в стан з меншою вільною енергією, мають різноманітні прояви в реальних кристалічних об'єктах: полікристалах, дисперсних (порошкових) об'єктах, тонких плівках, гетерофазних системах, що містять різні дефекти кристалічної будови, структурну або хімічну неоднорідність.

Широкий клас явищ, таких як рекристалізація полікристалів, спікання порошкових пресовок, розпад тонких плівок на підкладці, дифузійна гомогенізація неоднорідних за складом об'єктів, становить основу промислових технологій і потребує розробки сучасних методів наукового дослідження елементарних процесів, що обумовлюють ці явища.

У методичних вказівках на прикладі вивчення конкретних проявів релаксаційних процесів, що відбуваються в металевих об'єктах, викладаються наявні в даний час методи їх експериментального дослідження і даються основи теоретичного аналізу, що пов'язує явища з теоретичними уявленнями про елементарні процеси релаксації вільної енергії нерівноважних систем.

Вивчення процесу збиральної рекристалізації у полікристалах заліза.

Загальні положення

Кристал – система щільно упакованих частинок, розташування яких періодично повторюється в просторі, утворюючи кристалічну ґратку, яка характеризуються дальнім порядком. Характер упаковки атомів у кристалі, його симетрія визначається елементарною коміркою – мінімальною просторовою групою атомів, трансляція якої повністю відтворює кристалічну ґратку.

Кристалічне тіло, атоми або молекули якого утворюють єдину кристалічну ґратку, називають *монокристалом*. Тіло, що складається з однорідних кристалічних областей по-різному орієнтованих один щодо одного та розділених межами, називають *полікристалом*. Або, мовою металографії, полікристал складається із зерен, розділених міжзеренними межами. Типовий розмір зерен у металевих полікристалах $L_3 \sim 10 - 10^2$ мкм.

Полікристал з точки зору термодинаміки є системою, віддаленою від рівноваги у зв'язку з наявністю в ньому дефектних областей – міжзеренних меж. На відміну від атомів, що знаходяться в регулярних позиціях кристалічної ґратки (в об'ємі зерен), відповідних мінімуму потенційної енергії, атоми в межах зерен, для яких характерна більш пухка структура (див. рис.1), мають кілька некомпенсованих зв'язків і знаходяться у стані, що не відповідає мінімуму енергії. Тому з межзеренними межами пов'язана надмірна енергія, якої система прагне позбутися.

За підвищених температур, коли в кристалі стає можливим дифузійне переміщення атомів, у ньому починається структурна перебудова – рекристалізація, яка призводить до зменшення загальної протяжності міжзеренних меж і, зрештою, до перетворення полікристала на монокристал.



На послідовних стадіях цього процесу середній розмір зерен у полікристалі зростатиме згодом за статечним законом $\overline{L}^n \sim t$. Показник ступеня n залежить від конкретного механізму рекристалізації. При так званому нормальному зростанні зерен, коли одні зерна ростуть за рахунок інших шляхом перескоків атомів з одного берега межі на інший і переміщення меж, що відбувається при цьому, не утруднено наявністю будь-яких стопорів (домішок, виділень сторонньої фази та ін.), n = 2.

У цьому легко переконатися, порівнюючи кількість стрибків атомів від одного берега міжзеренної межі до іншого (див. рис.2), за умови, що є рушійна сила міграції цієї межі. Рушійною силою процесу збиральної рекристалізації є лапласова сила, обумовлена кривизною меж:

$$F_{\pi} \cong \frac{\alpha_{\Gamma}}{R},$$

де α_r — коефіцієнт межового натягу, R — характерний радіус кривизни межі, який, зазвичай, порядку розміру зерна *L*. Таким чином,

$$F_{\pi} \sim \frac{\alpha_{r}}{L}$$
.

Для мігруючого атома дія цієї сили виявляється у зменшенні його потенційної енергії на величину $\Delta E = \lambda F_{\pi} (\lambda - \text{ширина межі})$ при його перескоку крізь межу від одного її берега до іншого у напрямку дії сили і, навпаки, у збільшенні енергії при зворотному перескоку.

На рис.2 схематично показані енергетичні співвідношення для атома, що знаходиться поблизу межзеренної межі. Передбачається, що лапласова сила спрямована зліва направо, тому потенційна енергія атома у зерні 2 менша, ніж у зерні 1 на величину ΔE . Для перескоку атома від берега I до берега II межі йому необхідно подолати енергетичний бар'єр E_r (енергія активації міграції атома у межі). При зворотному перескоку бар'єр виявляється вищим на величину ΔE .



Тому частоту перескоків атомів через межу від берега I до берега II можна записати так:

$$\Gamma_{\mathrm{I}\to\mathrm{II}} = v_0 \exp\left(-\frac{\mathrm{E}_{\mathrm{r}}}{\mathrm{k}\mathrm{T}}\right),\,$$

а частоту зворотних перескоків

$$\Gamma_{\mathrm{II}\to\mathrm{I}} = v_0 \exp\left(-\frac{\mathrm{E}_{\mathrm{r}} + \Delta \mathrm{E}}{\mathrm{kT}}\right),\,$$

де v_0 — частота теплових коливань атома у вузлі ґратки. Експонентний множник при v_0 — імовірність подолання атомом бар'єру E_r (або $E_r + \Delta E$) за температури Т.

Оскільки перехід атома від одного зерна до іншого призводить до зміщення міжзеренної межі на величину міжатомної відстані *a*, результуюча швидкість зміщення межі дорівнюватиме:

$$\mathbf{V} = \mathbf{V}_{\mathrm{I} \to \mathrm{II}} - \mathbf{V}_{\mathrm{II} \to \mathrm{I}} = a \Gamma_{\mathrm{I} \to \mathrm{II}} - a \Gamma_{\mathrm{II} \to \mathrm{I}} = a \nu_0 \exp\left(-\frac{\mathrm{E}_{\mathrm{r}}}{\mathrm{kT}}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta \mathrm{E}}{\mathrm{kT}}\right)\right]$$

Різниця потенційних енергій атомів у зернах, розділених викривленою межею настільки мала, що, як правило, ΔE<<kT, тому

$$\left[1 - exp\left(-\frac{\Delta E}{kT}\right)\right] \approx \frac{\Delta E}{kT}$$

Підставивши значення $\Delta E = \lambda F_{\pi} \approx \lambda \frac{\alpha_{r}}{L}$, отримуємо:

$$v = \frac{dL}{dt} = av_0 exp\left(-\frac{E_r}{kT}\right) \frac{\lambda \alpha_r}{LkT} \sim \frac{1}{L}.$$

LdL~dt; $d(L^2) \sim dt; L^2 \sim t.$

Таким чином, у разі незагальмованого (нормального) переміщення міжзеренних меж під дією тільки лапласової сили, середній розмір зерен має зростати з часом за законом $\overline{L}^2 \sim t$. При цьому кожна межа має рухатися до центру своєї кривизни.

Однак вільному переміщенню меж навіть за відсутності домішок або мікропорів, що гальмують їхній рух, перешкоджають потрійні стики межів, особливо ті, що мають кути між суміжними межами 120°. Зростання зерен різко сповільнюється або практично припиняється, коли більшість кутів у стиках стає рівним 120°, а кількість меж, що відокремлюють окреме зерно, дорівнює шести, хоча розмір зерен може бути при цьому невеликим.

На рис.3 зображена так звана комірчаста структура полікристалу, яка є метастабільною і може зберігатися незмінною як завгодно довго.

Таким чином, формування комірчастої структури спотворює кінетику збірної рекристалізації, сповільнюючи і навіть зупиняючи зростання зерен.

Зворотна ситуація складається у разі виникнення осередків так званої вторинної рекристалізації, коли окремі зерна полікристалу виявляються у максимально сприятливих умовах для зростання.

Рис. 3

Така ситуація може реалізуватися, наприклад, через вдале оточення даного зерна межами з великою надлишковою енергією, що мають кривизну, спрямовану у бік сусідніх зерен (рис. 4).



Рис. 4

У цьому випадку окремі зерна будуть зростати набагато швидше, ніж середньостатистичне їх оточення, оскільки рушійна сила переміщення меж, що оточують таке зерно, визначається не його розміром D ($F_{\alpha} \sim \alpha/D$), а набагато меншим середнім розміром оточуючих його зерен: $F_{\alpha} \sim \alpha/L$. Тому кінетика зростання таких зерен відрізняється від кінетики зростання зерен при збиральній рекристалізації. Вона описується законом $D^n \sim t$, де n < 2.

Мета роботи:

Металографічним методом з використанням оптичної мікроскопії отримати залежність від часу середнього розміру зерна в полікристалі заліза в процесі збиральної рекристалізації.

Металографічний метод вивчення структури полікристалів із використанням оптичної мікроскопії.

Металографія – наука про структуру металів та сплавів. Під мікроскопічним дослідженням об'єкта у металографії розуміють вивчення його внутрішньої будови за допомогою мікроскопа на спеціально підготовлених плоских поверхнях – шліфах. Застосування мікроскопа необхідне для розширення межі природного сприйняття оком дрібних об'єктів.

Принцип дії мікроскопа.

Дія ока як оптичного приладу зводиться до утворення на його сітчастій оболонці (ретині) зображення об'єкта, що розглядається. Зорове сприйняття величини об'єкта визначається величиною ретинального зображення, яке залежить і від величини об'єкта, і від відстані між ним і оком, тобто, зрештою, від кута зору – кута, утвореного крайніми променями, що потрапляють в око від предмета, що розглядається.

Дія оптичного мікроскопа зводиться до збільшення кута зору. Збільшення приладу визначається відношенням кута зору, під яким око бачить предмет за допомогою приладу, до кута зору, під яким предмет видно неозброєним оком на відстані ясного зору (25 см). Збільшення кута зору сприймається людиною як збільшення видимих розмірів предмета, тому збільшення мікроскопа можна

визначити як відношення розміру збільшеного зображення до справжнього розміру предмета.

Мікроскоп є комбінацією двох збільшуючих оптичних систем – об'єктиву та окуляра, розділених значною відстанню (рис. 5). Ця відстань визначає так звану оптичну довжину тубуса – відстань від заднього головного фокусу об'єктива до переднього головного фокусу окуляра.

Об'єкт розташовується поблизу передньої головної фокальної площини (5) об'єктива так, що об'єктив дає його збільшене дійсне зображення. Це зображення називають проміжним. Воно розташовується у площині, близькій до переднього головного фокусу окуляра. Збільшення об'єктива дорівнює відношенню Δ/f_{o6} , де Δ – довжина тубуса, f_{o6} – фокусна відстань об'єктиву.

Головна лінза окуляра, діючи як лупа, дає остаточне (уявне) збільшене зображення предмета, що знаходиться на відстані 25 см від ока спостерігача. Збільшення окуляра з фокусною відстанню f_{ok} визначиться, як і для лупи, відношенням D/f_{ok} , де D=25 см.

Таким чином, у мікроскопі предмет збільшується двічі. Загальне збільшення мікроскопа дорівнює добутку збільшення окуляра та об'єктива:

$$M_{\text{микр}} = M_{\text{об}} \cdot M_{\text{ок}} = \frac{\Delta}{f_{\text{об}}} \frac{D}{f_{\text{ок}}}.$$

Основне збільшення забезпечується об'єктивом, воно може досягати 100; збільшення окуляра ≤(20-25).

У мікроскопах з великим збільшенням застосовують спеціальну систему освітлення об'єкта, яка складається зі штучного джерела світла і конденсора – системи лінз, що збирають і направляють світло на об'єкт.



1 – окуляр; Δ – оптична довжина тубуса; 2 – об'єктив; 3 – задня фокальна площина об'єктива; 4 – головна фокальна площина об'єктива; 5 – передній головний фокус об'єктива; f_{об} – фокусна відстань об'єктива; 6 – рабоча (вільна) відстань; 7 – перший головний фокус очної лінзи окуляра і другий сполучений з ним фокус об'єктива (що майже збігається з ним), в якому розташовується проміжне зображення (зворотне і перевернуте); f_{ок} - фокусна відстань окуляра; 8 – вихідна зіниця мікроскопа та вхідна зіниця ока; 9 – ретинальне зображення, пряме та не перевернуте; 10 - остаточне зображення, перевернуте та зворотне (поле зору).

Рис. 5. Принципова схема мікроскопа (об'єкт та його зображення позначені стрілками).

Роздільною здатністю мікроскопа називають величину, зворотну мінімальній відстані, що розрізнюється. Обмеження роздільної здатності в оптиці виникають внаслідок явища дифракції світла, яке призводить до того, що точка об'єкта зображується у вигляді розмитого кружка – «кружка розсіювання». Якщо відстань між крайніми точками деталі об'єкта менша за розмір кружка розсіювання, то дана деталь об'єкта знаходиться за межами роздільної здатності мікроскопа і не може бути досліджена.

Приготування мікрошліфу

Призначена для мікроскопічного дослідження поверхня — шліф — має бути оптично гладкою. Неприпустимим є згладжування поверхні за допомогою пластичної деформації, оскільки при цьому спотворюється структура металу. Зразки мають мати форму та розміри, зручні для обробки та дослідження під мікроскопом. При механічній обробці шліфу також мають бути передбачені заходи, що унеможливлюють нагрівання зразка.

Після грубої обробки (різальним інструментом, напилком, абразивним кругом) зразки шліфують на наждачному папері різної зернистості. При переході від грубішого паперу до менш грубого необхідно ретельно мити в струмені води зразок і руки, а також застосовувані при шліфуванні пристосування для того, щоб унеможливити перенесення частинок великого абразиву на дрібнозернистий папір. При переході на дрібніший папір необхідно змінювати напрямок обробки поверхні на 90°. Це полегшує визначення кінця шліфування на цьому папері.

Чим менше різниця в зернистості між двома послідовно вживаними паперами, тим швидше йде шліфування. Цілком неприпустимим є перехід від грубого паперу до найтоншого, оскільки грубі штрихи від попередньої обробки забиваються порошком дрібного абразиву та металевими стружками, що створює помилкове враження хорошого шліфування. Приховані дефекти виявляються при подальшій обробці та унеможливлюють вивчення шліфу під мікроскопом. До моменту закінчення шліфування на даному абразиві на шліфі не повинно залишатися рисок від попередньої операції.

Полірування зразків проводять для усунення нерівностей поверхні, що залишилися після шліфування, без деформування металу. Полірувати зразки можна або обережно обробляючи їх дуже тонким абразивом, дія якого принципово не відрізняється від дії абразивів при шліфуванні, або піддаючи електрохімічному розчиненню.

Механічне полірування виконують тими ж прийомами, що і механічне шліфування на шліфувальних паперах. Диск обтягують сукном, фетром, оксамитом або спеціальними тканинами. При поліруванні диск змочують водою, в якій у зваженому стані знаходяться дрібнодисперсні частинки (розміром порядку мікрона) поліруючого порошку (окису хрому, окису алюмінію, окису заліза та ін.). Полірування закінчують, коли мікрошліф набуває дзеркальної поверхні. У ряді випадків доцільно чергувати процес полірування з хімічним травленням шліфу, яке здійснюється спеціальними травниками.

Після полірування шліф промивають водою та висушують.

Вивчення мікроструктури

Для характеристики мікроструктури металу або сплаву необхідно знати середній розмір зерна, площу поверхні зерен в одиниці об'єму металу, фазовий склад та розподіл дефектів структури всередині зерна. Для отримання цієї інформації використовують кількісний металографічний аналіз. Виявити мікроструктуру зразка найпростіше методом хімічного травлення. Метод заснований на тому, що неоднорідності структури зразка розчиняються в травнику зі швидкістю, що відрізняється від швидкості розчинення досконалих ділянок зразка.

Травлення можна здійснювати шляхом занурення зразка в травник на заданий час або протираючи поверхню шліфу тампоном, змоченим травником. Після травлення шліф необхідно ретельно промити та висушити.

Порядок виконання роботи:

Визначити середній розмір зерна у вихідному полікристалічному зразку заліза, для чого:

- а) приготувати металографічний шліф зразка;
- виявити структуру міжзеренних меж зразка, обробивши шліф у 4% розчині HNO₃ в етиловому спирті (час травлення 20 секунд);
- сфотографувати характерне місце на шліфі за допомогою металографічного мікроскопа (рис. 6а);
- d) сфотографувати мікрометричну лінійку за того самого збільшення (рис.
 6д) та визначити збільшення на знімку;
- е) вибравши ділянку на знімку протруєного шліфу полікристалу, порахувати кількість зерен, що припадають на нього і, розділивши на це число площу ділянки, отримати середню площу (або квадрат середнього розміру L²) одного зерна.
- 2. Зробити ізотермічний відпал зразка в захисній атмосфері аргону при T=850 °C протягом 0,5 год і визначити середній розмір зерна в тій частині зразка, де структура: 1) не стабілізована (тобто відмінна від комірчастої) і 2) де не проходить вторинна рекристалізація (тобто немає різко виділених за розміром великих зерен, оточених значно дрібнішими зернами) (рис. 6б).
- 3. Відпалити зразок за тієї ж температури ще 1,5 години і визначити середній розмір зерна, дотримуючись вищевказаного критерію вибору місця на шліфі для проведення вимірювань (рис. 6в).
- 4. Виконати таку ж процедуру після додаткового відпалу зразка протягом 2-х годин (рис. 6г).
- 5. Побудувавши графік залежності квадрата середнього розміру зерна від часу відпалу, зробити висновок про механізм рекристалізації.





(б) 30 хвилин



(в) 2 години



(г) 4 години



Лабораторна робота №2 Спікання порошкових пресовок

Загальні положення

Порошкова пресовка – це пористе тіло, отримане пресуванням порошків у спеціальних пристроях, які називаються пресформами. У вихідному стані пресовка є системою, віддаленою від стану термодинамічної рівноваги одночасно за багатьма параметрами. Це обумовлено значною розвиненістю вільної поверхні окремих порошинок та поверхні поділу між дисперсними елементами структури порошинок, наявністю мікроспотворень типу зміщень атомів з регулярних позицій у ґратках, нерівноважних дефектів типу дислокацій, надлишкових вакансій, мікропорожнин та ін.

В області високих температур, коли дифузійна рухливість атомів э досить великою, в пористих тілах, складених з дисперсних порошинок і пір, "самовільно" за осяжні часи протікають процеси, обумовлені прагненням системи до зменшення вільної енергії і, зокрема, того її доданку, який пов'язаний з наявністю розвиненої поверхні. Результатом протікання цих процесів є ущільнення (спікання) пористого тіла: зменшення його пористості (П) та зменшення його геометричних розмірів (усадка).

Якщо гранично спростити розгляд процесу спікання та уявити систему, що складається всього з двох порошинок, приведених у контакт, то спікання можна представити як процес злиття двох крапель:



Термодинамічна виправданість такого процесу в тому, що сумарна площа поверхні двох вихідних порошинок э більшою, ніж поверхня сфери, що виходить за їхнім злиттям. Реальність такого процесу була експериментально доведена на модельних експериментах з припікання двох металевих крупинок.

Теоретичні уявлення про механізм припікання зводяться до наступного. Оскільки на поверхню кожної порошинки, що має позитивну кривизну радіусу R, діє стискаючий лапласівський тиск, а на поверхню контактного перешийка, що має негативну кривизну радіуса r, діє розтягуючий лапласівський тиск, то під дією капілярних тисків різного знака відбувається перенесення речовини в область контактного перешийка такими механізмами (або кількома з них):

- дифузією атомів крізь об'єм порошинок,
- дифузією поверхнею порошинок,

- випаровуванням з опуклій поверхні порошинок і конденсацією на вогнутій поверхні перешийка,
- дифузійно-в'язкою або дислокаційно-в'язкою течією речовини.

Внесок кожного з перерахованих механізмів визначається видом матеріалу, дисперсністю порошинок, температурою, наявністю або відсутністю зовнішніх впливів (тиск, температурні градієнти та ін.).

Транспорт речовини до зони контакту здійснюється під дією різниці хімічних потенціалів атомів

$$\Delta \mu = \omega \Delta P$$
,

де ω - атомний об'єм, $\Delta P = \alpha \Delta K - різниця капілярних тисків в області джерела і стоку атомів, що переміщаються, <math>\alpha$ - коефіцієнт поверхневого натягу. Стосовно сферичних частинок, де перенесення речовини відбувається від опуклої поверхні сфер до увігнутої поверхні перешийка, різниця кривизн перешийка і сфери $\Delta K \approx r^{-1} - R^{-1}$.

Таким чином,

$$\Delta \mu \sim (r^{-1} - R^{-1}) \sim r^{-1}$$
, оскільки $r \ll R$.

Вже з цієї спрощеної моделі процесу можна зробити висновок, що рушійна сила спікання є тим більшою, чим меншим є розмір порошинок. У порошковій пресовці, що є складеною з великої кількості порошинок, ущільнення виявляється наслідком безлічі процесів, що одночасно відбуваються як в об'ємі кожної порошинки, так і в їх ансамблі. Але рушійна сила, що визначає швидкість спікання, у першому наближенні визначається характерним радіусом кривизни: на ранній стадії спікання – це радіус кривизни перешийка між сусідніми порошинками г; на пізній стадії (коли пресовка – ансамбль ізольованих пір) – це середній за ансамблем розмір пір R_{ср}.



У будь-якому випадку цей характерний радіус корелює з вихідним розміром порошинок R, що утворюють пресовку.

Ціль роботи

- Ознайомлення з методикою визначення вихідного розміру порошинок, приготування порошкових пресовок, визначення їхньої пористості;
- Вивчення процесу спікання пресовок з мідних порошків різної дисперсності;
- Вимірювання усадки, пористості, вивчення структури пресовок після ізотермічного відпалу.

Порядок виконання

1. Визначити середній розмір порошинок двох мідних порошків різної дисперсності методом занурення порошку в кювету з рідиною (етиловий спирт) та вимірювання розмірів порошинок за допомогою окуляр-мікрометра (див. <u>https://www.youtube.com/watch?v=GnwzCU5BzRU</u>);

Для цього використовуємо напівсуб'єктивний метод: не усереднюємо вимірювання розмірів величезної кількості порошинок, а після спостереження за великою кількістю порошинок вимірюємо розмір тієї порошинки, розмір якої, на наш погляд, є середнім.

У цій роботі ми використовуємо мідні порошки гальванічного походження із середнім розміром 3 і 10 мкм.

- 2. Зважити дві порції порошку по 1 г.
- 3. Відпресувати на пресі в циліндричній пресформі дві пресовки однакової пористості (для цього зробити стискаючі зусилля на пресі однаковими: стрілка манометра преса доходить до кінця чорного сегмента шкали манометра);
- 4. Виміряти за допомогою мікрометра діаметр і висоту кожної пресовки;

Мікрометр – це універсальний вимірювальний прилад для високоточного (з похибкою від 2 до 50 мкм) визначення лінійного розміру деталі.

Конструкція мікрометра досить проста, до неї входить всього три основних елементи:

- Рама у вигляді півкола оснащена опорною стійкою (1) для фіксації вимірюваної деталі.
- Ручка, оснащена тріскачкою (6), нерухомим стеблом (4) зі шкалою і вимірювальним барабаном (5).
- Гвинт (2) з нерухомою гайкою (3) для вимірювання лінійних розмірів обєкта, що затискається між стійкою 1 і гвинтом 2 із зусиллям, яке регулюється тріскачкою 6.



Замір за допомогою мікрометра виконується шляхом переміщення гвинта 2 в нерухомій гайці. За кутом обороту гвинта визначається переміщення і розраховується лінійний розмір. Кількість повних обертів вказано на стеблі (верхні поділки), кількість півобертів – нижні поділки. Частки обертів – по круговій шкалі на барабані. Кругова шкала розрахована на півоберта. Інструмент також оснащений кільцевої гайкою 3 для фіксації гвинта 2.



Коли опорна стійка 1 торкається гвинта 2, край вимірювального барабана співпадає з першою лівою верхньою поділкою шкали стебла. Коли об'єкт вимірювання знаходиться проміж стійкою 1 і гвинтом 2, то вигляд вимірювальних шкал буде, наприклад, таким, як зображено вище. Спочатку рахуємо кількість цілих обертів барабана (кількість верхніх поділок справа від нульової поділки) – від нуля виходить 4 поділки. Потім дивимося на нижні – є поділка після четвертої верхньої поділки (ще півоберта, тобто 0,5 мм). Значить, за горизонтальною шкалою виходить 4,5 мм. Залишок сотих обчислюємо за вертикальною шкалою: 0,15 мм.

Складаємо отримані значення: 4+0,5+0,15=4,65 мм.

Мікрометрами вимірюють розміри деталей з точністю до десятих і сотих часток міліметра. На вигляд інструмент нагадує штангенциркуль. Але від нього мікрометр відрізняється універсальністю та підвищеною точністю (штангенциркуль вимірює з точністю до десятих часток міліметра).

Для отримання максимально точного результату рекомендується проведення декількох вимірів з розрахунком середнього значення.

- 5. Зважити на аналітичних вагах кожну пресовку з точністю до 0,0001 г;
- 6. Визначити вихідну пористість пресовки П₀ за формулою:

$$\Pi = \frac{V_{\Pi} - V_{M}}{V_{\Pi}} = 1 - \frac{V_{M}}{V_{\Pi}} = 1 - \frac{P}{\rho V_{\Pi}},$$

де V_П-об'єм пресовки,

V_M=Р/р – об'єм матеріалу пресовки,

Р – вага матеріалу пресовки,

 $\rho = 8,93$ г/см³ – густина міді;

7. Відпалити пресовки при T=850 °C впродовж 1 години в атмосфері H₂;

- Виміряти розміри пресовки після відпалу. Обчислити пористість Π і усадку ε=ΔV/V₀ (V₀ – вихідний об'єм пресовки);
- 9. Занести дані у таблицю:

Ν	<r></r>	Р	h _o	d _o	Vo	П ₀	h	d	V	П	3
	μm	Г	СМ	СМ	CM^3		СМ	СМ	cm ³		
1	3	0,985	0,789	0,5			0,663	0,41			
2	10	1,053	0,832	0,5			0,797	0,48			

10. Зробити висновок про швидкість протікання процесу спікання в залежності від вихідного розміру частинок порошку, з якого отримують пресовку.

Дифузійний розпад тонких металевих плівок на твердій підкладці

Загальні положення

Тонкий шар (товщиною ~ 10^{-8} – 10^{-6} м) однієї твердої речовини на поверхні іншої – така композиція з'явилася у зв'язку з розвитком техніки. Необхідність в антикорозійних покриттях, розробка мініатюрних напівпровідникових приладів та багато іншого зробили тонкі плівки об'єктом фізичного дослідження.

З погляду експлуатаційних властивостей тонкоплівкові вироби мають істотний недолік: вони деградують у процесі експлуатації, втрачають свої первісні характеристики. Взаємодіючи з підкладкою, тонкі плівки змінюють свій склад, а значить і електро, — і теплопровідність; в результаті дифузійного перенесення атомів тонкі плівки втрачають суцільність, що, наприклад, призводить до псування мікросхем. Для боротьби із цими явищами виникла необхідність дослідження фізичних властивостей тонких плівок.

Від масивних твердих тіл тонкі плівки відрізняються, головним чином, розвиненістю своїх поверхонь: міжфазної межі "плівка-підкладка" та вільної поверхні. Крім того, залежно від способу виготовлення плівок, у них може бути надзвичайно дрібнозерниста або пориста структура з наявністю різного роду дефектів великої густини. Як правило, плівка на підкладці знаходиться в пружно-напруженому стані. Все це є причиною термодинамічної нестійкості тонких плівок на підкладці. Очевидно, що за наявності належних механізмів у системі "плівка-підкладка" відбуватимуться релаксаційні процеси, що ведуть до зниження надлишкової вільної енергії, пов'язаної з перерахованими дефектами структури.

Одним із найбільш суттєвих макроскопічних проявів релаксації надмірної вільної енергії в плівці є процес її розпаду, що веде до перетворення суцільної плівки на сукупність роз'єднаних острівців, форма яких визначається капілярними константами системи.



Впевнімося в тому, що такий розпад є енергетично виправданим. Для цього розглянемо систему плівка на підкладці одиничної площі, позначивши цифрою 1 матеріал підкладки; 2 – плівки. Для суцільної плівки надлишок вільної енергії системи

$$\Delta F_{nn} = \alpha_2 + \alpha_{12} + f , \qquad (1)$$

де α_2 – питома поверхнева енергія матеріалу плівки;

α₁₂- питома енергія міжфазної межі;

f – надлишкова вільна енергія, обумовлена наявністю у плівці напружень та дефектів структури.

Якщо плівка розпадеться на N напівсферичних острівців, то надлишок вільної енергії такої системи буде

де

$$\Delta F_{ocrp} = \alpha_2 N S_o + \alpha_{12} N \pi R^2 + \alpha_1 (1 - N \pi R^2),$$
 (2)
де $S_0 = 2\pi R^2$ – площа напівсферичної поверхні острівця; R – середній радіус острівців.

Строго кажучи, острівець на підкладці – це сферичний сегмент з кутом змочування у, що залежить від співвідношення між питомими поверхневими енергіями підкладки (α_1), речовини острівця (α_2) та міжфазної межі "підкладкаострівець" (α₁₂):

$$\alpha_1 = \alpha_{12} + \alpha_2 \cos \gamma$$



Для нашого випадку (мідна плівка на керамічній підкладці) $\gamma \sim 90^{\circ};$ Cos γ ~ 0, τοбτο

 $\alpha_1 \cong \alpha_{12}$. (3)Якщо при цьому врахувати, що об'єм речовини плівки V_{пл.} (V_{пл.} = d – для плівки одиничної площі завтовшки d) дорівнює сумарному об'єму острівців $V_{octp} = N(4/3)\pi R^{3}/2$, то можна виразити кількість острівців на одиничній площі через товщину плівки та середній радіус острівця

$$N = \frac{3d}{2\pi R^3} . \tag{4}$$

З урахуванням (3) та (4) після перетворень отримаємо

$$\Delta F_{\text{octp}} = 3\alpha_2 \frac{d}{R} + \alpha_1.$$

Розпад плівки на острівці буде енергетично виправданий, якщо

$$\Delta F_{\pi\pi} > \Delta F_{\text{остр.}}$$

тобто $\alpha_2 + \alpha_{12} + f > \alpha_1 + 3\alpha_2(d/R)$ або з урахуванням (3)

$$(\alpha_2 + f) \mathbf{R} > 3\alpha_2 \mathbf{d}.$$

Припустимо спочатку, що f = 0 (плівка бездефектна та не напружена). Тоді

$$R > 3d. \tag{5}$$

Якщо середній розмір острівців задовольнятиме цю нерівність, розпад плівки енергетично виправданий. За менших R розпаду перешкоджають капілярні сили $F_R \sim \alpha_2 / R$.

Якщо f > 0, то плівка може розпадатися на острівці тим меншого розміру, чим більше f, оскільки

$$R > \frac{3\alpha_2 d}{\alpha_2 + f} \sim \frac{1}{f}.$$

Але в будь-якому випадку R > 3d.

Обговоримо механізм розпаду тонкої плівки. При нагріванні плівки на підкладці до температур, за яких виявляється істотною дифузійна рухливість атомів, розпад плівки здійснюється дифузійним механізмом. У ній починаються процеси, подібні до первинної рекристалізації в напружених кристалах: відбувається зародження і зростання зерен, вільних від напруг. Але, оскільки в плівці велика кількість атомів знаходяться на її поверхні, природно, що не напружені зерна зароджуються на поверхні і ростуть не за рахунок зміщення межі між ними та сусідніми напруженими зернами, а за рахунок дифузійного перенесення атомів до них із напружених областей. Дифузія здійснюється як поверхнею плівки, так і в її об'ємі. Оскільки є вільна поверхня, зерна можуть зростати у висоту і, таким чином, виникають "горбики" – зародки острівців, на які в результаті розіб'ється плівка.

Ціль роботи

- Вивчити методику виготовлення тонких плівок на твердих підкладках і вимірювання їх товщини.
- Експериментально вивчити процес розпаду тонких мідних плівок різної товщини на підкладці з полірованої кераміки та переконатися у виконанні співвідношення між товщиною плівки та розміром острівців, на які вона розпадається.

Інтерферометричний метод визначення товщини тонких плівок на підкладці

Метод ґрунтується на явищі інтерференції світла. Приладом для вимірювання товщини плівок є мікроінтерферометр МІІ-4, призначений для візуальної оцінки та вимірювання висоти нерівностей поверхонь. Він являє собою оптичний мікроскоп, з пристроєм для отримання інтерференційної картини, яка формується в результаті накладання двох систем світлових хвиль, отриманих з одного джерела світла шляхом поділу первинного пучка на два пучки, що інтерферують.

У мікроінтерферометрі МІІ-4 як розділяюча система використовується похила плоско-паралельна пластинка П (Рис.1), що має напівпрозоре світловідділювальне покриття.

Половину падаючого джерела I світла пластинка відбиває, половину пропускає, унаслідок чого утворюються дві системи хвиль, здатних інтерферувати. В результаті складання (інтерференції) двох систем хвиль у фокальній площині окуляра Ок спостерігаються інтерференційні смуги.



кладання хвиль від двох когерентних джерел S_1 і S_2 виникали інтерференційні смуги, джерела мають бути рознесені так, щоб на площину, де спостерігаються смуги, хвилі падали під різними кутами. Залежно від кута ω , під яким видно джерела хвиль з даної точки поля інтерференції, змінюється інтервал між смугами інтерференції $\Delta = \frac{\lambda}{\omega}$, де λ – довжина хвилі світла.



Мікроінтерферометр МІІ-4 дозволяє змінювати відстань і взаємне розташування між зображеннями джерела світла.

Для цієї можливості об'єктив O_2 (Рис.1) зміщується з оптичної осі на деяку відстань (на малюнку – це відстань *a*); при цьому змінюється відстань між зображеннями S'_1 і S'_2 джерела світла, а, отже, у фокальній площині окуляра Ок з'являються інтерференційні смуги, відстань між якими залежить від величини зміщення *a*. Якщо об'єктив O_2 , зміщений з осі, повертати навколо цієї осі, то одне із зображень джерела описуватиме коло навколо іншого; у цьому випадку смуги у полі зору повертатимуться.

Різниця ходу між інтерферуючими променями від центру поля зору до країв збільшується і проходить значення: 0, $\lambda/2$, λ , $3\lambda/2$, 2λ і т.д., де λ -довжина хвилі світла. У точках поля, де різниця ходу променів дорівнює λ , 2λ , 3λ , і т.д. в

результаті складання пучків виходять світлі смуги, а в точках, де різниця ходу дорівнює $\lambda/2$, $3\lambda/2$, $5\lambda/2$, і т.д. – темні смуги.

При використанні монохроматичного світла у всьому полі зору видні темні та світлі смуги. Два світлофільтри, за допомогою яких виходить монохроматичне світло, пропускають відповідно жовту та зелену частини спектру. Без світлофільтрів спостерігається інтерференційна картина у білому світлі. Оскільки інтервал між смугами залежить від довжини хвилі, то в білому світлі смуги для різних довжин хвиль не збігаються одна з одною, за винятком нульової смуги, яка визначає вісь симетрії інтерференційної картини. Таким чином, інтерференційна картина в білому світлі має такий вигляд: у центрі спостерігається біла ахроматична смуга, з обох боків якої знаходяться дві чорні смуги з кольоровими облямівками, і далі по три-чотири кольорові смуги з кожного боку. Перехід від однієї світлої (темної) смуги до іншої світлої (темної) смуги відповідає зміні різниці ходу між променями, що інтерферують, на одну довжину хвилі.

У полі зору мікроінтерферометра спостерігаються одночасно інтерференційні смуги та досліджувана поверхня. Переміщення досліджуваної поверхні S₂ вгору чи вниз на невелику величину викликає зміну ходу променя на подвійну величину цього переміщення, оскільки світло проходить цю відстань двічі. Зміна ходу променя в одній гілці приладу викличе зміну різниці ходу між променями, що інтерферують, в результаті чого смуги в полі зору змістяться. При зміщенні досліджуваної поверхні на відстань, що дорівнює половині довжини хвилі світла $\lambda/2$ смуги у полі зору змістяться на відстань, що дорівнює одному інтервалу між ними. Середня довжина хвилі білого світла $\lambda \approx 0,55$ мкм. Тому зміщення інтерференційних смуг на один інтервал відповідає зсуву поверхні, що спостерігається на $\lambda/2 = 0,275$ мкм.

Якщо на досліджуваній поверхні є горбок або западина, то тут змінюється різниця ходу і, отже, смуги зміщуються. Так, наприклад, глибина нерівності на поверхні 0,275 мкм викличе в полі зору приладу вигин смуги на величину одного інтервалу між смугами. При вимірах величину вигину смуги виражають у частках інтервалу між смугами.

За допомогою приладу МІІ-4 можна досить точно виміряти вигин інтерференційних смуг, що становить 0,1 інтервалу між смугами. Тому найменша нерівність поверхні, яку можна виміряти на приладі, становить 0,275.0,1 ≈ 0,027 мкм = 270 Å.

Конструкція МІІ-4

Мікроінтерферометр МІІ-4 має круглу основу 1 (Рис. 2), на якій може бути встановлена фотокамера 2 або рамка з матовим склом. До верхнього торця основи пригвинчена порожниста циліндрична колонка 3, на якій встановлений предметний столик 4. За допомогою двох мікрометричних гвинтів 5 столик можна переміщати у двох взаємно перпендикулярних напрямках. Столик можна повертати навколо вертикальної осі і стопорити гвинтом 6.



Рис.2.

У колонці 3 під кутом 70 до вертикальної осі розташований візуальний тубус 7, в отвір якого може бути встановлений окуляр зі шкалою або сіткою. Для вимірювання величини викривлення інтерференційних смуг на зовнішній діаметр тубуса замість окуляра встановлюють окулярний гвинтовий мікрометр 8 (MOB-1-15^x).

На тубусі є кільце, обертанням якого можна вводити оптичну систему або виводити з неї дзеркало З (Рис.1) візуального тубуса. При візуальному спостереженні або вимірі дзеркало має бути введене в оптичну систему, а при фотографуванні – виведено.

Фокусування мікроскопа на об'єкт здійснюється переміщенням інтерференційної головки під час обертання мікрометричного гвинта 9 (Рис. 2).

Інтерференційна головка укріплена на внутрішньому циліндрі мікроскопа. Вона складається з лівої, середньої та правої частин. Ліва частина голівки включає в себе ліхтар 10 з гвинтами 11 (для центрування лампи) і трубку 12, в яку вмонтована освітлювальна частина системи. У трубці встановлена горизонтальна пластина 13, що висувається, з трьома отворами. У двох крайніх отворах цієї пластинки закріплені світлофільтри (зелений та жовтий) для отримання монохроматичного світла, середній отвір, вільний, використовується при роботі в білому світлі. Повертанням кільця 14 змінюється діаметр отвору апертурної діафрагми.

У середній частині головки знаходиться об'єктив О₁, розділова пластинка П (Рис.1), а також рукоятка 15 (Рис.2), що служить для включення та вимкнення шторки, розташованої між розділювальною пластинкою П та об'єктивом О₂ (Рис.1). На торці рукоятки 15 (Рис.2) нанесена стрілка, що вказує на положення шторки: вертикальне положення стрілки відповідає закритій, горизонтальне – відкритій шторці.

У правій частині головки встановлено об'єктив O_2 та еталонне дзеркало S_2 (Рис.1). Ця частина має пристрій для зміни ширини та напряму інтерференційних смуг. Ширина смуг змінюється обертанням гвинта 16 (Рис.2) навколо осі. Зміна напрямку смуг проводиться цим же гвинтом шляхом обертання навколо осі інтерференційної головки. Гвинт 17 служить для зміщення смуг у полі зору мікроскопа.

Джерелом світла служить лампа розжарювання, яскравість якої регулюється ручкою реостату 19, розташованого разом з вимикачем 20 в корпусі блоку живлення 18.

Методика вимірювання товщини плівки

Для вимірювання товщини напиленої плівки використовується контрольне скло, на яке плівка наноситься одночасно з напилюванням на зразок. Після напилювання плівку продряпують до скла таким чином, щоб не пошкодити поверхню контрольного скла. Глибина подряпини, отриманої таким чином, дорівнює товщині плівки.

Контрольне скло з подряпаною плівкою поміщають на предметний столик 4 мікроінтерферометра (Рис.2) досліджуваною поверхнею вниз (до об'єктиву).

Повертають ручку 15 так, щоб стрілка на ній стояла вертикально. При цьому закривається шторка, розташована між напівпрозорим роздільником світла П та об'єктивом O_2 (Рис.1) і мікроінтерферометр працює як металографічний мікроскоп. За допомогою мікрометричного гвинта 9 (Рис.2) фокусують мікроскоп на досліджувану поверхню; переміщаючи предметний столик за допомогою двох мікрометричних гвинтів 5, а при необхідності повертаючи столик навколо вертикальної осі, поміщають у поле зору подряпину на плівці таким чином, щоб вона була розташована у полі зору вертикально.

Поворотом рукоятки 15 включають праву частину інтерференційної головки (стрілка на рукоятці має бути в горизонтальному положенні – відкрита шторка); при цьому в полі зору мають з'явитися інтерференційні смуги. Для отримання більшої контрастності смуг потрібно поворотом кільця 14 дещо зменшити отвір апертурної діафрагми.

Обертанням гвинта 16 навколо його осі встановлюють необхідний для роботи інтервал між смугами.

Поворотом гвинта 16 навколо осі інтеференційної головки встановлюють смуги перпендикулярно подряпині на плівці.

Для роботи з монохроматичним світлом включають один із світлофільтрів переміщенням до упору пластинки 13.

Подряпина на тонкій металевій плівці, нанесеної на скло є канавкою з плоским дном, глибину якої необхідно виміряти. Вимірювання глибини канавки проводять за допомогою гвинтового окулярного мікрометра MOB-1, який встановлюють замість окуляра на тубус мікроінтерферометра до упору і закріплюють таким чином, щоб подвійна лінія (біштрих), що спостерігається в його полі зору, збігалася з напрямком інтерференційних смуг (Рис. 3).

Як користатися окулярним мікрометром, дивиться за посилкою

https://www.youtube.com/watch?v=GnwzCU5BzRU

Для визначення товщини плівки необхідно

1. Виміряти величину інтервалу між найближчими смугами Δ_{IHT} ,

- 2. Виміряти величину вигину смуг $\Delta_{\mbox{\tiny Bur}}$ та
- 3. Обчислити глибину канавки d за формулою:

$$d = 0,27 \frac{\Delta_{\rm Bur}}{\Delta_{\rm IHT}} \,{}_{\rm MKM}.$$
(5)

Розмір інтервалу між смугами Δ_{IHT} виражається кількістю поділів шкали барабанчика окулярного мікрометра при зміщенні біштриха на відстань, що дорівнює інтервалу між найближчими смугами.

Для отримання цієї величини необхідно, обертаючи барабан мікрометра, сполучити лінії біштриха з однією з темних смуг так, щоб ця смуга знаходилася посередині між лініями біштриха (Рис.За) і зробити перший відлік n₁ за шкалою барабана.

Потім сполучають біштрих з найближчою сусідньою смугою та отримують другий відлік n_2 ; тоді $\Delta_{IHT} = n_1 - n_2$.

Величину вигину смуг також виражають у поділах шкали барабана. Переміщаючи предметний столик розташовують у полі зору окулярного мікрометра подряпину таким чином, щоб лінії біштриха частиною розташовувалися на плівці, частиною на подряпині (подряпина виглядає темнішою порівняно з плівкою), сполучають біштрих з однією зі смуг на плівці (Рис.За) і знімають відлік на шкалі барабана n_3 . Потім, обертаючи барабан мікрометра, сполучають біштрих з тією ж смугою на дні подряпини (Рис.Зб) і одержують другий відлік n_4 . Тоді $\Delta_{Bur} = n_3 - n_4$.





Довжина хвилі зеленого і середня довжина хвилі білого світла близькі і складають 0,54–0,55 мкм, тому і в монохроматичному (зеленому), і в білому світлі зміщення смуг на один інтервал відповідає глибині подряпини, що дорівнює 0,27 мкм. В цьому випадку глибина подряпини обчислюється за формулою (5).

Якщо виміри велися в монохроматичному жовтому світлі, довжина хвилі якого складає ~ 0,58 мкм, тоді глибину подряпини слід обчислювати за формулою

$$d = 0,29 \frac{\Delta_{\text{Bur}}}{\Delta_{\text{IHT}}} \text{ мкм.}$$
(6)

Процедура виконання роботи:

- 1. Увімкнути вакуумний пост.
- 2. Приготувати Си наважки, розрахувавши їхню масу за формулою m= $2\pi L^2 \rho d$, де L – відстань від човника до рамки; $\rho = 8,93 \text{ г/см}^3$ – густина міді; d – товщина плівки. Зробити розрахунок для двох товщин: $d_1 = 5 \cdot 10^{-6}$, $d_2 = 1,5 \cdot 10^{-5}$ см; L = 6 см. Якщо як матеріал для напилювання використовується Си дріт діаметром D, то необхідна для навішування довжина дроту розраховується за формулою $l = \frac{4m}{\pi D^2 \rho}$.
- 3. Відкривши вакуумний ковпак, встановити човник для напилювання і покласти одну з наважок на його середину.
- 4. Підготувати керамічну підкладку, ретельно протерши її спиртом або ацетоном.
- 5. Укріпити підкладку разом із контрольним склом на рамці, закривши при цьому половину площі підкладки та скла екраном. Встановити рамку перпендикулярно напрямку на човник на відстані 6 см від останнього.
- Закривши ковпак, відкачати повітря, поставивши ключ у положення ПВ (попередній вакуум), а коли стрілка вакууметра дійде до цифри 2 – у положення ВВ (високий вакуум).
- Після зашкалювання стрілки вакууметра подати напругу на човник і, поступово збільшуючи струм через нього, розплавити, а потім повністю випарувати Си наважку. У міру випаровування наважки буде спостерігатися потемніння контрольного скла.
- Скинувши струм човника до нуля і відключивши напругу переключити пост у положення НП (напуск повітря); відкрити ковпак, покласти у човник другу наважку, закрити екраном напилену частину підкладки і знову відкачати систему.
- 9. Напилити другу плівку.
- 10. Вийняти зразок разом із контрольним склом; помістити зразок у піч для відпалу в атмосфері водню.
- 11. На приладі МІІ-4 виміряти товщину напилених плівок, використовуючи контрольне скло.

Припустимо, що виміри велися в монохроматичному жовтому світлі і що лінії біштриха частиною розташовувалися на плівці, частиною на подряпині. Припустимо, що лінії біштриха вже сполучені з однією зі смуг інтерференції, як то показано на рис. За і на шкалі барабана окуляр-мікрометра n_1 =48 поділок (перший відлік). Другий відлік (біштрих сполучено з найближчою сусідньою з першою смугою) n_2 =37 поділок. Для виміру вигину

смуги використаємо ту саму смугу на плівці (Рис. 6а), тобто як третій відлік на шкалі барабана беремо перший відлік n₃=n₁=48 поділок. Сполучаємо біштрих з тією ж смугою на дні подряпини (Рис.3б) і одержуємо відлік n₄=41 поділка.

Всі ці виміри зроблено на товщій плівці. Для тонкішої плівки аналогічні виміри такі: n₁= n₃=48, n₂=37, n₄=46.

12. Після відпалу зразка (T=850⁰C; t=2год) вивчити плівки на мікроскопі МІМ-10 при максимальному збільшенні.

На рис. 4 зображено мікрофотографії острівцевих плівок, на які перетворюються суцільні плівки після відпалу: зліва – тонкіша, справа – товстіша.



Довжина лінійки 0,1 мм.

13. Оцінити середній розмір острівців, користуючись масштабною лінійкою, і, порівнявши його з товщиною плівки, переконатися у виконанні співвідношення (5).

Лабораторна робота №4 Дослідження процесу взаємної дифузії

Основні рівняння дифузії. Коефіцієнти дифузії

Процесом дифузії називають перерозподіл речовини в просторі в результаті теплової міграції атомів. Дифузія є макропроцесом і описується рівняннями макроскопічної фізики. Однак основою цього процесу є спрямована міграція атомів під час їхнього хаотичного теплового руху, називана дифузійною рухливістю атомів, яка характеризує мікроскопічні (молекулярно-кінетичні) властивості середовища.

Кінетику дифузійних процесів зазвичай описують, розглядаючи речовину як безперервне середовище, не враховуючи її атомну структуру. Для опису потоків речовини в безперервному середовищі складають відповідні диференціальні рівняння гідродинаміки, які розв'язують для конкретних граничних умов.

Основним макроскопічними рівнянням, що визначає перерозподіл речовини в просторі і в часі, є гідродинамічне рівняння безперервності середовища

$$\frac{\partial \mathbf{C}}{\partial t} = -\operatorname{div} \,\vec{\mathbf{j}}\,,\tag{1}$$

яке описує той простий факт, що концентрація речовини (С) в даній точці середовища може змінюватися з часом (t) тільки в тому випадку, якщо в цій точці відмінна від нуля дивергенція потоку (j) речовини, яка характеризує швидкість накопичення (або убутку) речовини в оточенні даної точки.

Для опису дифузійного процесу, необхідно написати вираз для дифузійного потоку ј в явному вигляді і підставити його в (1). Для цього розглянемо одновимірну задачу дифузійного поширення речовини у півпростір уздовж осі Х, спрямованої перпендикулярно межі поділу. Фізичною моделлю такого процесу може служити дифузійне проникнення атомів радіоактивного ізотопу в речовину, що складається з атомів того ж елементу. При цьому єдиним стимулом процесу є прагнення до зростання ентропії системи, а виникаючий дифузійний потік речовини прагне зменшити градієнт концентрації ізотопу, спрямований уздовж осі Х. Коли речовина рівномірно розподілиться в усьому півпросторі і градієнт зникне, припиниться й дифузний потік атомів. Тому записуючи рівняння для потоку природно припустити, що потік атомів через задану площину пропорційний градієнту їхньої концентрації $\partial C/\partial x$:

$$\mathbf{j} = -\mathbf{D}\frac{\partial \mathbf{C}}{\partial \mathbf{x}}.$$

Коефіцієнт пропорційності D називають коефіцієнтом дифузії даної речовини. Оскільки дифузія відбувається вбік зменшення концентрації, а цей напрямок вважається позитивним, градієнту концентрації приписаний знак мінус.

Рівняння (2) було отримано Фіком за аналогією з рівнянням для теплопровідності, в якому тепловий потік пропорційний градієнту температури. Мож-

на також провести аналогію між (2) і законом Ома, в якому струм пропорційний градієнту електричного потенціалу. Досвід показує, що D не залежить від величини $\partial C/\partial x$ (так само, як електроопір не залежить від падіння напруги, а коефіцієнт теплопровідності не залежить від градієнта температури) і, таким чином, є характеристикою речовини. Він характеризує швидкість дифузійного поширення атомів ізотопу в полі градієнта їхньої концентрації і тому має назву ізотопного коефіцієнта дифузії. Розмірність D випливає із розмірності величин, що входять у (2). Якщо прийняти, що потік – це кількість атомів, які перетинають задану одиничну площадку за одну секунду, а концентрація – це кількість атомів в одиниці об'єму речовини, то:

$$j\left(\frac{1}{M^{2}c}\right) = -D\left(\frac{M^{2}}{c}\right)\frac{\partial C}{\partial x}\left(\frac{1/M^{3}}{M}\right)$$

Рівняння Фіка (2) досить наочно описує дифузійний процес, проте для експериментального визначення коефіцієнта дифузії, що характеризує дифузійні властивості речовини, воно непридатне, оскільки важко створити такі умови експерименту, за яких можна було б виміряти кількість речовини, що дифундує при постійному градієнті концентрації. Набагато легше виміряти розподіл концентрації вздовж напрямку дифузії після певного проміжку часу експерименту або простежити зміну концентрації з часом в певній точці дифузійної зони. Щоб із таких експериментальних даних обчислити коефіцієнт дифузії, використовують друге рівняння Фіка, яке можна отримати з рівняння безперервності (1) і першого рівняння Фіка (2). Рівняння безперервності для одновимірного випадку (дифузний потік спрямований уздовж осі X) має вигляд:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial x}(j_x).$$

Підставивши в нього вираз для потоку (2), отримаємо друге рівняння Фіка:

$$\frac{\partial \mathbf{C}}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial \mathbf{x}} \left(\mathbf{D} \frac{\partial \mathbf{C}}{\partial \mathbf{x}} \right). \tag{3}$$

Воно описує широкий клас дифузійних процесів, в тому числі й процес взаємної дифузії, який ми розглянемо на прикладі одновимірної взаємної дифузії двох речовин, що контактують з плоскою межею, перпендикулярною осі X, уздовж якої спрямовані зустрічні дифузійні потоки. При цьому коефіцієнт D, що фігурує в (3), називають коефіцієнтом взаємної дифузії, який характеризує процес гомогенізації (вирівнювання концентрації) неоднорідної за складом двокомпонентної системи. Щоб відрізняти його від ізотопного коефіцієнта, будемо позначати його \tilde{D} .

В загальному випадку \tilde{D} залежить від координати і часу. Залежність $\tilde{D}(t)$ має місце в неізотермічних умовах (наприклад, на стадіях нагріву або охолодження) і тут не розглядатиметься. Залежність $\tilde{D}(x)$ обумовлена його залежністю від концентрації, розподіл якої C(x) в дифузійній зоні визначається експериментально. На мал.1, як приклад, показано розподіл концентрації Ni в дифузійній зоні двокомпонентної системи Cu-Ni після відпалу при температурі 750°С протягом 25 годин.



Мал.1

Крива C(x) асиметрична щодо площини вихідного контакту Cu-Ni. Асиметрія C(x) означає, що атоми Ni дифундують в решітку Cu швидше, ніж атоми Cu в решітку Ni.

Цей факт легко пояснити, якщо врахувати, що дифузія є процесом, що термічно активується, і відбувається тим активніше, чим інтенсивніше теплові коливання кристалічної решітки. Інтенсивність коливань решітки тим більша, чим ближче температура до температури плавлення останньої, тобто чим ближче до одиниці відношення T/T_{nn} (так звана гомологічна температура).

При T = 750 °C T/T_{пл} \approx 0,7 для решітки Cu і T/T_{пл} \approx 0,5 для решітки Ni, тобто решітка Cu значно «гарячіша» за решітку Ni, тому дифузійна рухливість атомів будь-якого сорту в решітці Cu більша, ніж в решітці Ni.

Метод розрахунку $\tilde{D}(C)$

Для отримання із (3) залежності коефіцієнта взаємної дифузії від концентрації використовують метод Больцмана-Матано, суть якого полягає в наступному. Для того, щоб перетворити диференціальне рівняння в частинних похідних (3) на звичайне однорідне диференціальне рівняння можна запровадити як нову змінну величину $\eta = x/\sqrt{t}$ (підстановка Больцмана), за умови, що х є лінійною функцією \sqrt{t} (що експериментально і спостерігається за умови безперешкодного перебігу дифузійного процесу). Тоді

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{dC}{d\eta} \frac{\partial \eta}{\partial t} = -\frac{1}{2} \frac{x}{t^{\frac{3}{2}}} \frac{dC}{d\eta}; \qquad \qquad \frac{\partial C}{\partial x} = \frac{dC}{d\eta} \frac{\partial \eta}{\partial x} = -\frac{1}{t^{\frac{1}{2}}} \frac{dC}{d\eta}.$$

Підставивши останні вирази в (3), отримаємо:

$$-\frac{x}{2t^{3/2}}\frac{dC}{d\eta} = \frac{\partial}{\partial x}\left(\frac{D}{\frac{1}{t^2}}\frac{dC}{d\eta}\right) = \frac{1}{t}\frac{d}{d\eta}\left(D\frac{\partial C}{\partial \eta}\right)$$

або

$$-\frac{\eta}{2}\frac{dC}{d\eta} = \frac{d}{d\eta} \left(D\frac{\partial C}{\partial \eta} \right).$$
(4)

Перехід від рівняння (3) до (4) зробив Людвіг Больцман¹ у 1894 р. Для визначення $\tilde{D}(C)$ цей метод уперше був застосований Чуджіро Матано² у 1933 р.

Запишемо початкові умови в такий спосіб:

$$\begin{array}{c} \mbox{ при } t = 0 \\ \left\{ \begin{array}{ccc} C = 1 & \mbox{ при } x < 0; \\ C = 0 & \mbox{ при } x > 0; \\ dC/dx = 0 & \mbox{ при } x = \pm \infty. \end{array} \right. \end{array}$$

Оскільки точка x = 0 виключена з розгляду при t = 0 і вихідна концентрація не залежить від відстані, то, якщо не враховувати розрив при x = 0, початкові умови можна записати тільки через η :

$$C = 1$$
 при $\eta = -\infty$;
 $C = 0$ при $\eta = \infty$.

Оскільки рівняння (4) містить тільки повні диференціали, можна скоротити на 1/d η і проінтегрувати обидві частини від C=0 до C=C_i, де C_i – є концентрацією, для якої ми хочемо обчислити значення \tilde{D} (0<C_i<1):

$$-\frac{1}{2}\int_{0}^{C_{i}}\eta dC = \left[D\frac{dC}{d\eta}\right]_{0}^{C_{i}}$$

Оскільки C(x) визначається експериментально для деякого фіксованого моменту часу, то, зробивши зворотний перехід $\eta \rightarrow x, t$ і враховуючи, що t = const, отримуємо:

$$-\frac{1}{2}\int_{0}^{C_{i}} x \, dC = Dt \left[\frac{dC}{dx}\right]_{0}^{C_{i}} = Dt \left(\frac{dC}{dx}\right)_{C_{i}}.$$
(5)

Остання рівність в (5) випливає з того, що при C=0 dC/dx = 0. Враховуючи також, що dC/dx = 0 при C=1, отримуємо умову:

$$\int_{0}^{1} x \, dC = 0 \,. \tag{6}$$

Рівність нулю інтеграла по всьому інтервалу концентрацій означає, що площина, яка є кордоном між обома дифузійними просторами, має бути розташована в зразку таким чином, щоб кількість дифундуючої речовини, що підходить з одного боку цієї площини, дорівнювала кількості речовини, яка іде з другого

¹ L. Boltzmann, Zur Integration der Diffusionsgleichung mit variablem Diffusionskoeffizienten.– Wiedemanns Annalen 53, 959 (1894).

² Matano, Chujiro. "On the Relation between the Diffusion-Coefficients and Concentrations of Solid Metals (The Nickel-Copper System)". Japanese Journal of Physics. Jan. 16, 1933.

боку. Інакше кажучи початок координат x = 0 має бути підібрано таким чином, щоб концентрація в точці x = 0 (позначимо її С_м) задовольняла умові:

$$\int_{0}^{C_{M}} x \, dC = -\int_{C_{M}}^{1} x \, dC.$$

Графічно це означає рівність площ S^- і S^+ на мал.2.





Визначену таким чином граничну площину, що не збігається з початковою площиною розділу (порівняйте з мал.1) і розташовану між двома дифузійними зонами (x < 0 і x > 0), називають площиною Матано.

За такої умови $\tilde{D}(C_i)$ можна отримати графічним інтегруванням і диференціюванням C(x) за допомогою співвідношення, що безпосередньо виходить з (5):

$$\widetilde{D}(C_i) = -\frac{1}{2t} \left(\frac{dx}{dC}\right)_{C_i} \int_{0}^{C_i} x dC.$$
(7)

Величину \tilde{D} для заданої концентрації C_i знаходять графічно, попередньо розрахувавши положення площини Матано і поєднавши з нею початок координат x = 0 (мал. 2). Значення похідної $(dx/dC)_{C_i}$ знаходять за нахилом дотичної до кривої C(x), проведеної в точці, що відповідає концентрації C_i (мал. 3).



Величину інтеграла $\int_{0}^{C_{i}} x dC$ визначають як площу S заштрихованої області на

мал. 3, вираженої в одиницях С·х. При цьому слід враховувати, що найбільша похибка цього методу пов'язана з похибкою побудови дотичної до C(x).

Метод вимірювання C(x)

Одним з експериментальних методів отримання кривої розподілу концентрації в дифузійній зоні є метод мікрорентгеноспектрального аналізу. Він грунтується на тому, що кожен хімічний елемент при опромінюванні його електронами або рентгенівськими променями достатньої енергії випускає характеристичне рентгенівське випромінювання, яке виникає внаслідок міжорбітальних електронних переходів.

Перевагою рентгенівських спектрів у порівнянні зі спектрами у видимій і ультрафіолетовій областях є мала кількість ліній кожного елемента і закономірна зміна довжин хвиль в кожній серії відповідно до співвідношення:

 $\lambda \approx 1/z^2$,

де λ – довжина хвилі, z – атомний номер елемента.

Інша перевага рентгенівських спектрів в тому, що випромінювання виникає в результаті видалення і подальшого заміщення електронів внутрішніх оболонок атома, а на ці високоенергетичні рівні фізичний стан або хімічна комбінація елементів впливають мало. Тому рентгенівська спектрометрія дозволяє надійно розрізнити всі елементи з атомними номерами від 6 до 98 незалежно від їхнього валентного стану.

На малюнку приведена схема мікроаналізатора з електронним зондом типу МАР, ЕМА або РЕММА.

Пучок електронів перетином 1-2 мкм (електронний зонд), одержуваний в електронній гарматі (1), фокусується електромагнітними лінзами (2) і потрапляє на зразок (3), в якому він локально збуджує характеристичне рентгенівське випромінювання (4). Характеристичне рентгенівське випромінювання елементів, які містяться в зоні зразка, що опромінюється (приповерхнева зона розмірами кілька мікронів), випускається в усіх напрямках і має бути коллімірованним трубчастим або пластинчастим коліматором (7). Коллімірованний майже паралельний пучок поліхроматичного випромінювання падає на кристаланалізатор (5) (LiF, топаз, кварц, кальцит).



За кожної кутової установці кристала θ , випромінювання певної довжини хвилі λ (відповідно до рівняння Вульфа-Брегга n $\lambda = 2d \cdot \sin \theta$) діфрагуватиме і проходитиме до детектора (6) (сцинтиляційних лічильник, іонізаційна камера або фотоплівка), який має бути розташований під кутом 2 θ по відносно до падаючого пучка для того, щоб забезпечити потрапляння до детектора діфрагованого випромінювання.

За набором характеристичних ліній можна встановити зміст відповідних елементів, а за інтенсивністю кожної лінії — кількість даного елемента в досліджуваній області зразка.

Для визначення розподілу концентрації будь-якого елементу уздовж зразка останній переміщується під пучком з постійною швидкістю (при цьому сам пучок зафіксований) і проводиться безперервний вимір інтенсивності певної (як правило, найбільш інтенсивної із серії) лінії цього елемента. Запис вимірюваної інтенсивності випромінювання здійснюється на переміщувану з певною швидкістю діаграмну стрічку самописця.



Концентрація елемента в зразку C(x) зв'язана з вимірюваною інтенсивністю випромінювання I(x) співвідношенням:

$$C(\mathbf{x}) = \mathbf{I}(\mathbf{x}) / \mathbf{I}_{e_{\mathrm{T.}}},$$

де I ет. – інтенсивність лінії від еталону, що складається з чистого елемента.

Візуальне спостереження і вибір ділянки для аналізу здійснюється за допомогою оптичного мікроскопа, введеного в камеру зразка.

Основними перевагами методу мікрорентгеноспектрального аналізу є

- його висока локальність (кілька мікронів) що дозволяє проводити кількісний і якісний аналіз в мікрооб'ємах;
- можливість отримувати відомості про розподіл потрібного елемента за зразком, не руйнуючи його;
- метод є досить універсальним, оскільки дає можливість визначати елементний склад майже на всі елементи періодичної системи.

Мета роботи:

- 1. Вивчити графічний метод вимірювання коефіцієнта взаємної дифузії, розроблений Матано з використанням перетворень Больцмана.
- 2. Ознайомитися з принципом роботи растрового електронного мікроскопамікроаналізатора РЕММА.
- За графіком залежності відносної інтенсивності І_{Ni}(x)/І_{эт.} від відстані х побудувати криву розподілу концентрації С_{Ni}(x) в дифузійній зоні і розрахувати коефіцієнти взаємної дифузії для двох концентрацій С₁=0,2 і С₂=0,6, використовуючи метод Больцмана-Матано.



Розподіл інтенсивності характеристичного рентгенівського випромінювання атомів Ni та Cu в дифузійній зоні зразка Cu-Ni після відпалу при T=950 °C протягом 25 годин.

<u>Вказівка</u>: для побудови графіка розподілу відносної концентрації $C_{Ni}(x)$ необхідно оцифрувати криву $I_{Ni}(x)$, тобто скласти таблицю

Х, М	${ m I}_{ m Ni}$, кількість клітин міліметрівки	$C_{Ni} = I_{Ni} / I_{er}$						
0	157	1						
$1.9 \cdot 10^{-4}$	0	0						

після чого побудувати графік $C_{Ni}(x)$ або на міліметрівці, або в графічному редакторі (наприклад Origin) і далі використовувати метод Матано знаходження положення площини Матано і графічного обчислення похідної та інтеграла у формулі Больцмана (7).

Величини \tilde{D} для концентрацій $C_{Ni} = 0,2$ і 0,6 отримати в м²/с. <u>Контрольне питання</u>: чому $\tilde{D}(0,2) > \tilde{D}(0,6)$?

Лабораторна робота №5

Релаксація напружень, що виникають в дифузійної зоні при формуванні інтерметаліду в системі Cd-Ni

Закономірності формування інтерметалічних сполук в дифузійній зоні

За взаємної дифузії двох речовин A і B, що мають дуже відмінні атомні розміри, енергетично вигіднішим стає формування в дифузійній зоні не твердих розчинів (тобто випадкового розміщення атомів A і B), а упорядкованих сполук типу $A_m B_n$ (m i n – цілі числа), тобто певних правильних конфігурацій в розміщенні атомів A і B, які відповідають мінімуму вільної енергії [1]. Сполуки такого типу, що формуються між двома металами, приведеними до дифузійного контакту, називають інтерметалічними або інтерметалідами.

Товщина шару інтерметаліду в процесі взаємної дифузії А-В зростає з часом в результаті фазового перетворення

$$mA+nB \rightarrow A_mB_n$$
,

яке відбувається на межах А-А_mB_n і А_mB_n-В.



Оскільки сполука $A_m B_n$ в загальному випадку має кристалічну структуру, що відрізняється як від структури A, так і від структури B, то питомі об'єми, які припадають на атоми A і B у своїх решітках, відрізняються від їх питомих об'ємів в решітці $A_m B_n$. У цьому, в основному, полягає причина виникнення напружень як в об'ємі інтерметаліду, так і в прилеглих до нього областях вихідних компонентів A і B.

Оскільки деформація, що обумовлена стрибком об'єму, вільно здійснюється тільки в напрямку ОХ (мал. 1), а в площині YZ вона ускладнена через механічне зчеплення інтерметаліду з вихідними компонентами по міжфазним межам, то поблизу меж будуть діяти зсувні напруження σ_{YZ} , знак і розподіл яких залежить від співвідношення питомих об'ємів атомів в кожній з контактуючих фаз. На мал. 2 схематично представлено розподіл напружень поблизу міжфазної межі $A-A_mB_n$ для випадку, коли $V_A > V_H$ (V_A і V_H – питомі об'єми атома A відповідно в решітці A і в решітці інтерметаліду A_mB_n). Поблизу міжфазної межі напруження максимальні за величиною і при переході з фази A до фази A_mB_n стрибком змінюють знак, від позитивних (стискальних) до негативних (розтягуючих).



Мал. 2

Оцінку максимального значення напружень, що виникають в інтерметаліді поблизу міжфазної межі A-A_mB_n, можна отримати з простого співвідношення:

$$\sigma_{\max} \sim G \frac{\Delta V_{AH}}{V_A}, \qquad (1)$$

де G – модуль пружності інтерметаліду, $\Delta V_{AH} = V_H - V_A$.

Зі зміною знака і величини стрибка атомного об'єму ΔV_{AH} зміняться знак і величина виникаючих напружень.

Якщо напруження перевищать межу пружності матеріалу, буде відбуватися релаксація надлишкових напружень або механізмом пластичної деформації, або шляхом зародження і розкриття тріщин, якщо матеріал недостатньо пластичний. Релаксаційні процеси призводять до зниження рівня напружень поблизу міжфазних меж до величини межі пружності σ_{vnp} (Мал. 3).





Оскільки напруження по обидві боки від міжфазної межі протилежні за знаком і взаємно компенсують одне одне, то напруги, що встановилися з обох боків межі рівні за модулем і визначаються величиною σ_{ynp} тієї з контактуючих фаз, межа пружності якої менше.

Пластичність кристала визначається, в основному, рухливістю і густиною наявних в ньому дислокацій. Необхідність збереження правильної конфігурації в розташуванні атомів інтерметалічних сполук істотно зменшує рухливість дислокацій, а отже і здатність до пластичної релаксації в них пружної енергії. Тому розтягуючи напруження в інтерметалідах можуть релаксувати шляхом утворення тріщин. Такий спосіб релаксації напружень дозволяє зробити оцінку їх величини по розташуванню і ширині виникаючих тріщин.

Як відомо, релаксація напружень внаслідок виникнення тріщини здійснюється в області, характерний лінійний розмір якої є близьким до розміру тріщини [2]. Тому релаксація розтягуючих напружень, що виникають, наприклад, в шарі інтерметаліду $A_m B_n$ (мал. 1) поблизу плоскої міжфазної межі $A - A_m B_n$ (мал. 3), може відбуватися внаслідок утворення в ньому низки тріщин (паралельних одна одній і перпендикулярних площині міжфазної межі), відстані між якими *l* порядку довжини тріщин (мал. 4).



Мал. 4

Якщо вважати, що крихке руйнування інтерметаліду з утворенням тріщин шириною Δl (мал. 4) – є єдиним механізмом релаксації напружень (1), викликаних відносною деформацією $\frac{\Delta V}{V_0}$, то деформація в напрямку розкриття тріщини (в нашому випадку вздовж осі Y) дорівнюватиме $\frac{\Delta l}{l} = \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V_0}$. Тоді величину виникаючих в інтерметаліді напружень, що призводять до розкриття тріщин (crack), можна виразити як

$$\sigma_{\rm crack} \sim 3G \frac{\Delta I}{I}.$$
 (2)

Розрахунок стрибка об'єму, що виникає при формуванні інтерметаліду в системі Cd–Ni

Згідно з діаграмою рівноважних станів [3], в системі Cd-Ni розчинність в твердому стані практично відсутня. За взаємної дифузії між наведеними до контакту з пласкою межею пластинами Cd i Ni виникає і зростає з часом шар інтерметаліду Cd₂₁Ni₅, який має кубічну структуру з елементарною коміркою, складеною з двох кубів зі стороною a_{μ} =9,753 Å. До складу елементарної комірки входить 104 атома: 84 атома Cd i 20 атомів Ni. Об'єм елементарної комірки інтерметаліду V_i=2 a_i^3 .

Сd має гексагональну щільноупаковану решітку, параметри якої a=2,9851 Å, c=5,6206 Å. Елементарна комірка являє собою об'ємно-центровану прямокутну призму висотою с, в основі якої лежить ромб зі стороною a. Об'єм елементарної комірки $V_{Cd} = \frac{ca^2 \sqrt{3}}{2}$. У комірку входить 2 атома.

Гранецентрована кубічна решітка Ni має параметр $a_{Ni}=3,59$ Å. Об'єм елементарної комірки, що складається з 4-х атомів, $V_{Ni}=a_{Ni}^3$.

Реакцію утворення однієї елементарної комірки Cd₂₁Ni₅ можна представити в такий спосіб:

$$84Cd + 20Ni \rightarrow 4Cd_{21}Ni_5$$

або

42 ел. комірки Cd + 5 ел. комірок Ni \rightarrow 1 ел. комірка Cd₂₁Ni₅.

Тому відносна деформація, що супроводжує формування інтерметаліду, становитиме

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{V_i - (42V_{Cd} + 5V_{Ni})}{(42V_{Cd} + 5V_{Ni})},$$
(3)

а величина максимальних зсувних напружень, що виникають поблизу меж Ni-Cd₂₁Ni₅ i Cd₂₁Ni₅-Cd, може бути оцінена за формулою

$$\sigma_{\max} \sim G \frac{\Delta V}{V_0} \,. \tag{4}$$

Мета роботи

Металографічним методом з використанням оптичної мікроскопії вивчити процес крихкої релаксації пружних напружень, що виникають при утворенні інтерметалічної сполуки $Cd_{21}Ni_5$ у зразку Cd-Ni в процесі ізотермічного дифузійного відпалу при T=280 °C і оцінити величину цих напружень по розташуванню і ширині виникаючих в інтерметаліді тріщин.

В рамках кристалографії розрахувати стрибок об'єму, що виникає при формуванні інтерметаліду в системі Cd–Ni, и оцінити максимальну величину напружень, що виникають в інтерметаліді поблизу міжфазних меж Cd–Cd₂₁Ni₅–Ni.

Порівнюючи величину напружень, оцінену по стрибку об'єму з рівнем напружень, релаксація яких викликала утворення тріщин в інтерметаліді, зробити висновок про вклади механізмів крихкої і пластичної релаксації виникаючих напружень.

Порядок виконання роботи

- 1. Приготувати двошаровий зразок Cd-Ni, для чого:
- a) зробити металографічні шліфи з однієї зі сторін пластинок Cd і Ni ;
- b) привести до контакту відполіровані поверхні зразків, затиснувши їх у струбцину; разом зі струбциною помістити їх в кварцову ампулу, загерметизувати ампулу і заповнити її аргоном;
- c) помістити ампулу зі зразком в піч і, після нагрівання до T = 280 ° C, витримати при цій температурі 5 хвилин для створення дифузійного контакту двох металів;
- d) охолодивши зразок до кімнатної температури, витягти з ампули струбцину і зразок зі струбцини.
- 2. Зробити ізотермічний відпал зразка Cd-Ni в захисній атмосфері аргону при T=280 °C протягом 10 годин.
- 3. Зробити металографічний шліф відпаленого зразка, перпендикулярний площині контакту Cd-Ni, контролюючи якість шліфа на оптичному мікроскопі MIM-8M.
- Протравити шліф у 2% розчині НNO₃ в C₂H₅OH для виявлення тріщин. Час травлення – кілька секунд.
- 5. Використовуючи металографічний мікроскоп MIM-8M, дослідити структуру шару інтерметаліду, сформованого між пластинами Cd і Ni.
- 6. За допомогою окуляр-мікрометра виміряти середню ширину ∆*l* тріщин, що утворилися в шарі інтерметаліду, а також характерну відстань *l* між сусідніми тріщинами.

Як користатися окулярним мікрометром, дивиться за посилкою <u>https://www.youtube.com/watch?v=GnwzCU5BzRU</u>

На знімку нижче видно дві серії тріщин, що сформувалися на різних стадіях відпалу зразка: первинні тріщини довжиною, рівною товщині шару інтерметаліду і вторинні, короткі тріщини, що виникли на більш пізніх стадіях відпалу. Необхідно виміряти товщину біля основи однієї з магістральних первинних тріщин і відстань між ними. Саме їх геометрія характеризує рівень напружень, що діють в інтерметаліді на момент первинного їх скидання.



- За формулою (2) оцінити величину напружень σ_{crack}, релаксація яких призвела до утворення тріщин, і порівняти отриману величину з оцінкою, зробленою за формулою (4), використовуючи для величини відносної деформації <u>ΔV</u> формулу (3). Величину пружного модуля прийняти рівною G≈5·10¹⁰ H·м⁻².
- З порівняння величини напружень, отриманої з експерименту, з їхньої теоретичної оцінкою (за стрибком об'єму) зробити висновок щодо вкладів механізмів крихкої і пластичної релаксації напружень в процесі росту інтерметаліду в системі Cd–Ni.

Контрольні питання:

- 1) Який знак напружень, оцінених Вами за формулами (2) і (4)? Про що він свідчить?
- З точки зору теорії пружності, як називається рівень стискаючих напружень, що діють збоку Ni, який був Вами оцінений як σ_{crack}?

Додаткова література

- 1. Гегузин Я.Е. Диффузионная зона. М.: Наука, 1979. с. 147, 231.
- 2. Райзер Ю.П. Физические основы теории трещин хрупкого разрушения.-Успехи физических наук, 1970, т. 100, вып. 2, с. 329-370.
- 3. Хансен М., Андерко К. Структуры двойных сплавов, т.2.– М., 1962.– с. 458.

Методичні вказівки до лабораторного практикуму «Експериментальні методи дослідження релаксаційних процесів у кристалічних об'єктах» для студентів ІІІ–V курсів фізичного факультету, що спеціалізуються в галузі фізики твердого тіла

Упорядник: В.В. Богданов.

Відповідальний за випуск І.В.Воробйова

Підп. до друку . Формат 60х84 1/16. Папір офсетний. Друк різографічний. Умовн. друк.–арк. 2.0 Обл.–вид. арк. Тираж 50 прим.

XHУ ім. В.Н. Каразіна, 61077 Харків, пл. Свободи, 4 Видавничий центр