# П. Енгель, Г. Клінгеле

## Растрова

електронна

мікроскопія.

Руйнування

##### КИЇВ-2000

**Будова металів.**

* 1. ***Кристалічна структура.***

Більшість технічних металічних матеріалів є полікристалічними, тобто складаються з багатьох окремих кристалів, що примикають одне до одного без зазорів.

Кристали в полікристалах, на відміну від вільно вирощених, не мають правильної геометричної форми і називаються полікристалітами, або зернами. Їх спостерігають на спеціально підготованому і протравленому шлифі за допомогою оптичного мікроскопу. Діаметри зерен можуть мати розміри від декількох мікрометрів до декількох міліметрів; границі між ними називають границями зерен. Всередині кожного зерна атоми розміщуються в правильному геометричному порядку, який можна ілюструвати на моделях просторових граток (елементарних комірок). На схемі мал. 1 розміри гратки в порівнянні з розмірами зерна надто великі; в дійсності період гратки складає близько 0,00001 діаметра зерна.

Мал.1. *Схематичне зображення структури полікристалічного металічного сплаву на* ***прикладі сталевої заклепки:***

*а- металографічний шліф заклепки; на площі в 1мм2 знаходиться декілька сотен зерен; б- структура металу (1,2- домішкові атоми заміщення і занурення відповідно; 3- крайова дислокація; 4- некогерентні виділення; 5- когерентні виділення; 6- тугоплавкі домішкові включення; 7- лінії ковзання; 8- виділення по границям зерна; 9- елементарна комірка α-заліза; 10- гвинтова дислокація; 11- плівкові виділення по границях зерен; 12- вакансія; D3-діаметр зерна, наприклад, 50 мкм ≈ 50000нм ≈ 500000А0.*

В зернах завжди є дефекти кристалічної будови, основними з яких є дислокації. Розрізняють крайові та гвинтові дислокації. Метали можуть розчиняти домішкові атоми, які як би “вбудовуються” в гратку металу. Коли домішковий атом займає місце атома основного металу у вузлі гратки, утворюється твердий розчин заміщення. Коли домішковий атом вбудовується між основними атомами гратки, відбувається створення твердого розчину занурення. В обох випадках виникають локальні спотворення у будові гратки. Незайняті місця у кристалічній гратці носять назву вакансій.

* 1. ***Фази і виділення.***

Під фазою розуміють кристаліти з однаковим хімічним составом та кристалічною структурою. Чисті метали завжди є однофазними. Сплави також можуть бути однофазними, але в більшості випадків вони складаються з декількох фаз. Різні фази утворюються в процесі охолодження із розплаву чи в результаті наступної термічної обробки внаслідок зміни розчинності елементів зі зміною температури. Якщо гратка металу вміщує більше домішкових атомів, ніж може розчинитися при даній температурі, то з такого пересиченого твердого розчину виділяються різного ступеня дисперсності частинки, що називаються фазами виділень. Когерентні виділення характеризуються спряженням їх гратки з граткою основного металу - матриці. Некогерентні виділення утворюють з матрицею міжфазні границі.

Переважним місцем утворення фаз виділень є границі зерен. Виделення по границях зерен можуть або утворювати суцільні оболонки навкруги зерен, або розміщуватися в цих місцях уривками. Тугоплапвкі фази, які у вигляді твердих частинок знаходяться в металічному розплаві, в зернистій структурі, що утворюється при затвердінні , розподілені хаотично.

* 1. ***Пластична деформація.***

Металічні матеріали здатні піддаватись пластичній деформації, тобто можуть при зовнішній дії змінювати свою форму. При цьому в зернах виникає взаємний зсув окремих їх об”ємів чи шарів вздовж визначених напрямів, площин кристалічної гратки (мал. 2, а). Проте атоми в зсунутих атомних рядах зміщуються не одночасно, а послідовно. Цей процес і визначає виникнення і проходження крайових і гвинтових дислокайій крізь гратку.

Мал.2. *Пластична деформація ковзанням (а) та двійникуванням (б) .*

1. *сходинки ковзання; 2- площини ковзання; 3- двійниковий прошарок.*

За допомогою оптичного мікроскопу та РЕМ результати ковзання можна спостерігати у вигляді ліній ковзання та сходинок на полірованій поверхні зразка. Ці ліній та сходинки обмежують зсунуті одна відносно одної зони всередині зерен. В кожному даному кристаліті розвиток ковзання знаходиться в залежності від характеру ковзання в сусідньому. Різниця в орієнтації окремих зерен проявлюється у зміні напрямку ліній ковзання в сусідніх кристалитах.

Інша можливість пластичної деформації (окрім ковзання) за рахунок утворення двійнків показана на мал.2.б. При двійникуванні кристаліт ділиться площиною двійникування на дві частини, причому кристалічна гратка однієї його частини стає дзеркальним відображенням гратки другої частини.

**Методи дослідження.**

***2.1. Растрова електронна мікроскопія.***

*Принцип*

Електронний промінь у вигляді тонкого пучка електронів (зонд, діаметр пучка<10 нм) сканує зразок по рядках точку за точкою та синхронно передає сигнал на кінескоп. При попаданні електронного променя у якусь точку зразка відбувається вібивання з його матеріалу вторинних електронів та відбитих електронів. Яскравість зображення точки на екрані кінескопу залежить від кількості “виходу” електронів.Високий “вихід” електронів із зразка дає світлу точку зображення на екрані, малий “вихід” відповідає темній точці. В інтервалі між цими значеннями “виходів” електронів спостерігаються сірі точки різніх відтінків.

Електронній зонд являє собою тонкий пучок електронів приблизно циліндричної форми, при дії його на зразок збуджуються однаково малі плями електронного збудження. Це пояснює добру глибину різкості зображення при растровій електронній мікроскопії.

Мал.3. *Схема растрового електронного електронного*

*мікроскопа*.

1. *катод; 2- анод; 3- електронний промінь; 4- кон-*

*денсорна лінза I; 5- конденсорна лінза II; 6- остання*

*конденсорна лінза; 7- відхиляючі котушки; 8- блок*

*регулювання збільшення; 9- фотопомножувач; 10-*

*апертурна діафрагма; 11- зразок; 12- сцинтилятор;*

*13- світловод; 14- відхиляючі пристрої; 15- пристрої*

*для спостереження; 16- зйомка; 17- посилювач сиг-*

*налу; 18- вакуумна система.*

Первинний електронний промінь (зонд) виникає в вакуумній колoні (електронна пушка) растрого електронного мікроскопу (РЕМ). Елнктрони вилітають з катода, що накопичує, і прискорюються електричним полем з напругою 1-50 кВ; промінь фокусується трьома електромагнітними конденсорними лінзами та за допомогою відхиляючих котушок скануються по зразку.

Електрони, що випромінюються зразком, викликають в сцинтиляторі світові спалахи (фотони). Швидкі пружньорозсіянні (відбиті) електрони з високою енергією без додаткового підводу енергії потрапляють в сцинтилятор; вторинні електрони з нізькою енергією при русі до сцинтилятора отримують прискорення від приложення електричного поля. Світлові спалахи залишають вакуумну колонку крізь світловод і у фотопомножувачі, що примикає до нього, перетворюються в електричні імпульси. За допомогою останніх після подальшого посилення можна регулювати яскравість екрану електронної трубки (мал.3). Отримане таким чином зображення поверхні є об”ємним і може бути пояснене так, наче об”єкт освітлюється сцинтилятором, що встановлений на боці об”єкту, а спостереження ведеться з боку прямування первинного електронного променя.

*Дія первинного електронного променя*

Падаючі на об”єкт електрони з високою енергією відхиляються і уповільнюються атомами твердого тіла. Ці процеси відбуваються всередині зони проникнення електронів (мал.4). При цьому із зразка можуть вилітати електрони, рентгенівські кванти, фотони і виділятись тепло.

Мал.4**. *Взаємодія електронного променя потужністю 20 кеВ з мідним зразком****:*

*а- проникнення електронів у мідний зразок; б- розподілення характеристичного К- випромінювання міді; в- схема розположення зон різного типу випромінювань (1- центр тяжіння відбитого випромінення; 2- центр тяжіння вторинного електронного випромінювання у плямі з діаметром<10 нм; 3- центр тяжіння характеристичного рентгенівського випромінювання; 4- область оберненого розсіяння (відбиття); 5- критична далекість дії, збудження характеристичної взаємодії; 6- далекість дії електронів; збудження гальмуючого випромінювання).*

Відбиті електрони: електрони з високою енергією, які висилаються з відносно протяжної області об”єкту навколо первинного електронного променя; вони виходять з великої глибини (мал. 4,а).

Вторинні електрони: електрони з малою енергією (<50еВ), які залишають поверхню у випадку, коли їхня енергія вище, ніж робота виходу (2-6 еВ). Вторинні електрони переважно утворюються тільки в тонкому шарі матеріалу (1-10 нм) всередині плями, на яку впав первинний промінь.

В більшості випадків для отримання зображення за допомогою РЕМ використовуються вторинні електрони. Вони дозволяють отримувати краще розділення (<10 нм), ніж у випадку відбитих електронів.

*Оже-електрони*

На фоні неперервного розподілення енергій вторинних електронів в області енергій від п”ятидесяти до декількох сот електронвольт (при строго фіксованих для кожного елементу значеннях енергії) виникають максимуми, які виникають завдяки Оже-електронам (Оже-переходам). Хоч ці максимуми і слабко виражені, їх можна спостерігати за допомогою спеціальних детекторних систем і використовувати для аналізу зовнішніх поверхневих атомних шарів. Завдяки цьому з”являється можливість застосування Оже-електронної спектроскопії (ОЕС) в (РЕМ). Досліджувана товщина шару - 2-3 нм.

К в а н т и р е н т г е н і в с ь к о г о в и п р о м і н ю в а н н я.

Неперервне гальмуюче випромінювання виникає за рахунок розсіяння падаючих електронів атомними ядрами. Воно охоплює всі значення, аж до самої енергії падаючих первинних електронів. Характеристичние випромінювання виникає у випадку, коли електрони, що падають, викликають збудження мишені за рахунок перескоку електронів на внутрішніх оболонках атомів. Цей вид випромінювання використовується для мікроаналізу. Утворення рентгенівського характеристичного випромінювання концентрується в основному в об”ємі, який для важких елементів є напівсферою, а для легких- грушевидним (мал.4). Доля гальмуючого випромінювання з малою енергією може утворюватися на кінці шляху електрона (далекість дії) (мал.4,а і в). Однак для отримання характеристичного випромінювання енергія електрона повинна бути більша, ніж енергія збудження характеристичного випромінювання. Ця умова виконується тільки до критичної глибини проникнення.

Ф о т о н и: В деяких твердих тілах при опроміненні електронами атоми можуть перейти у збуджений стан з виділенням світла (катодолюмінесценція). Це трапляється за рахунок розсіяння електронів на ядрах атомів.

*Контраст електронного зображення*

Контраст зображення переважно залежить від кута нахилу зразка до електронного променя. При перпендикулярному напрямі променя до поверхні зразка випромінювання слабке, що відповідає темним областям на зображенні; якщо електронний промінь ледь торкається поверхні, то з”являється сильне випромінювання і майже всі області зображення є світлими. Цей ефект особливо гарно спостерігати у випадку гострих граней, коли можливе двобічне випромінювання.

Розташування електронного детектора також впливає на утворення контрасту. При цьому спостерігаються ефекти затемнення для таких поверхонь об”єкту, які відхилені від сцинтилятора. Крім того,на зображеннях, отриманих тільки за рахунок відбитих електронів, виникають “глибокі тіні”- випадки, коли з цих місць відбиті електрони не можуть досягнути детектора.

Вихід електронів залежить також від порядкового номеру елемента. Важкі елементи випромінюють більше електронів, ніж легкі. Завдяки цьому на електронному зображенні виникає контраст, який залежить від складу різних фаз. Крім того, контраст виникає як наслідок орієнтації площин кристалу по відношенню до первинного електронного променя. Слід також відмітити, що на ступінь контрасту може вплинути зміна напруги, що подається на систему растрового електронного мікроскопу, що прискорується /система/.

*Роздільність*

Роздільність визначається діаметром того участку на поверхні об”єкту, від якого випромінюються вторинні електрони. Цей діаметр дещо більший, ніж діаметр падаючого променя первинних електронів. Гарні растрові електронні мікроскопи дозволяють отримувати роздільність порядку 10 нм. Якщо для отримання зображення використовуються відбиті електрони, Оже-електрони чи кванти рентгенівського випромінювання, то роздільність десь на порядок нижче (~ 100 нм).

*Застосування растрового електронного мікроскопу при досліджуванні дефектів*

Растровий електронний мікроскоп - незамінний інструмент при оцінці зламів та пошкоджень поверхонь. За його допомогою можна, з одного боку, використовувати малі збільшення (менш, ніж 20-кратні), що дозволяє спостерігати великі поверхні, а з іншого боку, отримувати знімки окремих деталей пошкоджень та зламів при 20000-кратному збільшенні.

Зразки для випробувань при цьому повинні бути відібрані найбільш доцільно та зберігатися в оптимальних умовах, що виключають можливість ушкодження поверхонь, що досліджуються. Для визначення складу різних фаз в структурі – включень, нальотів, покрить та сторонніх предметів – незамінним методом дослідження є рентгенівський мікроаналіз.

*Відбір зразків*

Оскільки досліджувані поверхні в більшості випадків раніш підпадали під силові, температурні, агресивні та ін. дії у виробничих та/або експлуатаційних умовах, необхідно звернути увагу на зберігання утворившихся на цих ранніх стадіях дефектів.

Перш за все досліджувані деталі (чи їх частини) слід зберігати в сухому місці. В деталях, які зберігались на відкритому повітрі, характерні признаки (дефекти), що привели до руйнування, як правило, змінюються. Щоб не руйнувати ці первинні признаки, перш за все досліджувані деталі (чи їх частини) слід зберігати в сухому місці. В деталях, які зберігались на відкритому повітрі, характерні признаки (дефекти), що привели до руйнування, як правило, змінюються. Щоб не руйнувати ці первинні признаки, слід уникати травлення поверхні руйнування. Очищення зразків такими механічними засобами, як піскоструйна обробка та обробка щітками чи стиральною гумкою (поширений метод в техніці дослідження дефектів), також змінює їх первинний стан. Тому доцільно передавати досліджувані зразки в лабораторію без будь-якої попередньої обробки. Обмежені розміри поверхні зразків для дослідження на РЕМ (в залежності від типу РЕМ вони складають від одного до декількох квадратних сантиметрів) потребують розділення досліджуваної деталі на частини.

Оскільки дослідження всієї поверхні не уявляється можливим, а часто і не є необхідним, при вивченні поверхні руйнйвання слід візуально чи за допомогою стереомікроскопу визначити переважні напрямки поширення тріщини. При цьому слід пам”ятати, що часто багато локальних тріщин, що лежать в різних площинах, при розвитку об”єднуються. При визначенні переважного напрямку зламу можуть бути використані спостереження за виглядом досліджуваної поверхні: на свіжих дільницях зламу всілякого роду шари іржи, покриття металом та ін. відсутні чи слабко видимі. В більшості випадків заключну стадію розвитку зламу можна виявити по розвинутому розтріскуванню на поверхні зламу чи по зрізаному виступу (утворення гострого краю) (див мал. 5).

Якщо переважний напрямок розвитку зламу відомий, то достатньо вибрати три об”єкта для дослідження: із зони, початку руйнування, з середини та з області, що відповідає заключній стадії зламу. При цьому часто найбільш важливе значення має область заключної стадії зламу, оскільки вона є найбільш свіжою і тому краще збереженою частиною зламу. Вирізаний з зони зразок, що відповідає початковій дільниці зламу, повинен обов”язково включати і частину незруйнованої поверхні, тобто зону, що примикає до початку тріщини, яка поширюється.

Необхідно фіксувати положення відібраного для дослідження зразка на ушкодженій (зруйнованій) поверхні деталі. Найпростіше це робиться шляхом вирізання прямокутника, довгі сторони якого розташовані паралельно переважному напрямку розвитку зламу і який включає по можливості всі відмічені вище зони. Перед вирізанням зразка дуже корисно зробити ескіз ушкодженої (зруйнованої) дільниці деталі чи його знімок.

*Підготування зразків*

Для отримання найбільш об”єктивної інформації про вихідний, в тому числі структурний, стан досліджуваних об”єктів їх, як правило, залишають неочищеними, тобто в тому вигляді, в якому їх доставляють для дослідження.

Зразки (об”єкти) підлягають ультразвуковому очищенню. Як середа, в якій проводиться ультразвукове очищення, використовуються водні розчини, що застосовуються при виготовленні годинників. Для видалення твердих частинок (пилу) та залишків масла з поверхні руйнування як вичищаючий засіб в ультразвуковій ванні часто знаходить застосування також спирт, ацетон чи ефір. Однак кожна ультразвукова обробка приводить до видалення з поверхні зламу таких включень, що мають слабку адгезію з металічною матрицею, як, наприклад, сульфіди марганцю. Тому слід зберігати неочищеним резервний зразок, який в разі потреби можна досліджувати безпосередньо у вихідному стані, а потім його ж досліджувати знову після очищення в ультразвуковій ванні. Наліт іржи, що має високу адгезію з металічною матрицею, може бути видалений при очищенні в ультразвуковій ванні з використанніям насиченого розчину лимоннокислого амонію. Однак в цьому випадку таке очищення може подіяти на основну металічну матрицю та змінити вихидний стан зламу, в тому числі і структуру. Чистящі засоби слід вибирати з урахуванням стійкості структурного стану відповідних випромінюючих металів і сплавів по відношенню до впливу цих засобів.

*Дослідження зразків*

Поверхня зразка розміром 10x10 мм при вивченні її в РЕМ “виросла” б до розміруфутбольного стадіону. Тому повністю таку поверхню, зрозуміло, розгледіти неможливо. При дослідженні подібних об”єктів дотримуються наступних рекомендацій.

Зразок слід встановлювати в утримувачі таким чином, щоб дивитися на деталі руйнування в напрямку переважного розвитку зламу. Кожний злам при поширенні магістральної тріщини супроводжується утворенням вторинних тріщин, що утворюють відгалудження від основного переважного напрямку, які нерівномірно розходяться в глибину. Вторинні тріщини гарно видимі при візуальному спостереженні. Це відноситься також до мікротріщин в зламах втоми.

Найсвіжиші області зламу виявляються найбільш чітко. Тому доцільно оглядати злам на його заключній стадії. Крім того, в більшості випадків напруження на вершині тріщини, що поширюється, неперервно збільшується. Це пов”язано з розширенням фронту поширення зламу та зменшенням поперечного перерізу об”єкту. У зв”язку з цим небезпечні признаки руйнування на заключній стадії зламу більш яскраво виражені.

При переході від зламів, що отримані в виробничих умовах, до зламів, що імітують їх (їх отримують при лабораторних випробуваннях в умовах прикладення статичного навантаження в пластичних металах та сплавах), часто знаходять паралельні сліди ковзання, які пов”язані з розкриттям в”язкої тріщини; їх не слід плутати з борознами зламу втоми.

По вигляду стику тріщин можна представити, яка з тріщин має більш раннє походження (мал. 5 ).

Дуже корисно знімати ескіз зразка у перспективній проекції. В цьому випадку, як на карті місцевості, вказують характерні особливості (признаки) зламу. Такий метод дозволяє швидко швидко отримувати загальні (оглядові) дані та по них складати заключення про історію руйнування даного зразка.

Слід звертати увагу на признаки (особливості) на поверхні руйнування, що часто повторюються, та не загострювати її на чисельних випадкових явищах.

Мал.5. ***Макроскопічний опис різних виглядів тріщин:***

*А – розгалудження тріщин по ходу утворення зламу; вихідна тріщина А чи В; більш довга тріщина є більш “старою” (1- більш “молодша” тріщина; 2- більш “стара” тріщина); б – поширення руйнування (1- гострий край у кінці зламу; 2- поширення тонких тріщин; 3- вторинні тріщини; 4- поле напрущення на вершині тріщини в початковій стадії руйнування); в – “зубчастість” у початковій стадії руйнування – утворення своєрідних амбразур (1- поверхня).*

При малих збільшеннях і особливо на зображеннях, що отримані за допомогою відбитих електронів, можна на основі пильного аналізу розгалудження при поширенні тріщин достатньо точно визначити (локалізувати) початок зламу. При вивченні зруйнованих поверхонь слід в першу чергу розглядати зображення у відбитих електронах, оскільки при цьому добре проявлюється топографія зламу.

* 1. ***Рентгенівський мікроаналіз при збудженні електронним променем***

В РЕМ в результаті падіння електронного променя на поверхню зразка виникає рентгенівське випромінювання. Воно використовується для визначення складу присутніх у зразку елементів. Існують дві детекторні системи виявлення та співставлення характеристичного випромінювання: енергодисперсна система та дифракційно-дисперсна система.

* + 1. ***Рентгенівський енергодисперсійний мікроаналіз***

Основою енергодисперсійної системи є напівпровідниковий детектор, в якому кожний квант рентгенівського випромінювання, що поступає, викликає імпульс, пропорційний його енергії (мал.6). Послідовний ряд посилених імпульсів подається в багатоканальний аналізатор, який розподіляє сигнали, що виникають від квантів з різною енергією (мал.7). Енергодисперсійний рентгенівський детектор в растровому електронному мікроскопі знаходиться майже в площині зразка звичайно справа по відношенню до первинного променя. При растровому електронно-фрактографічному аналізі нахил зразка на 45о дозволяє отримувати високоякісні зображення у вторинних електронах. Цей кут є оптимальним і для досліджень, що використовують кванти рентгенівського випромінювання; мікрорентгеноспектральний аналіз може проводитись від багатьох точок з поверхні руйнування зразків. Для того, щоб детектор не загубив своїх аналітичних влвстивостей, він постійно охолоджується рідким азотом. Детектор встановлюється у вакуумі на відстані в декілька міліметрів за берилієвим екраном (товщина від 7 до 25 мкм). Таким чином поверхня детектора зберігається від забруднень та заледеніння. Нажаль, берилієві екрани сильно поглинають слабке рентгенівське випромінювання.

Мал.6. ***Схема Si(Li)-детектора:***

1. *кванти рентгенівського випромінювання*

Іншим недоліком є велика ширина спектральних ліній, яка в деяких випадках не дозволяє розділити сусідні лінії. Оптимальна напівширина для максимуму в 5,9кеВ складає, наприклад, 140 еВ.

Мал. 7. ***Принципова схема енергодисперсійного мікроаналізатора:***

1. *електронний промень; 2- зразок; 3- рідкий азот; 4- попередній посилювач; 5- посилювач; 6- багатоканальний аналізатор; 7- самозаписуючий прилад*

Переваги енергодисперсійної системи:

* швидка експлуатаційна готовність. Установка може бути приведена в дію у будь-який момент часу між звичайною растровою зйомкою зламів з використанням вторинних електронів; перехід до рентгеноспектрального аналізу робиться за декілька секунд. При цьому відсутня необхідність в проведенні механічного юстування, а градуювання по енергії всієї системи коливається значно менше, ніж межі розділення по енергії;
* за декілька хвилин одночасно можуть бути визначені всі елементи між натрієм і ураном; жоден з елементів не буде пропущений;
* якісний аналіз та картини розподілення елементів можуть бути отримані від великих поверхонь (до7x5 мм2), а також від викривлених чи шершавих поверхонь, так як затежність від геометрії, згідно з умовою Брега (мал.8), в цьому випадку не має місця;
* на зображенні, що отримане за допомогою вторинних електронів, можуть бути не тільки знайдені, але й ідентифіковані дрібні частинки; це відноситься також і до зразків з шершавою поверхнею;
* можливості знайдення присутніх в металі елементів такі ж самі, як і при використанні дифракційно-дисперсійної системи (системі на основі дисперсії довжин хвиль); при цьому методі якісного аналізу можна визначати присутність елементів, вміст яких складає 0,1% (за масою) чи менше.

Мал.8. ***Дифракція рентгенівських променів від кристалічної гратки. Рівняння Брега***

***nλ=2dsinθ,де d- міжплощинна віддаль; θ- кут ковзання;*** *1- пормінь, що падає; 2- дифрагований промінь*

*Обробка даних енергодисперсійних спектрів*

Рентгенівський спектр складається з викривленої основної лінії неперервного гальмуючого випромінювання та характерістичних ліній окремих елементів. На прикладі свинця може бути показано, що для чіткої ідентифікації елементів в сплавах з невідомим складом необхідні відомості про фактично виникаючі лінії в енергоспектрометрі. Разом з відомими основними лініями можуть з”являтися більш слабкі лінії. Вони можуть спотворити дані про малі вмісти інших елементів.

В спектрах можуть з”являтися лінії, яких насправді не існує. Одна з ліній, наприклад, йде від Si-детектора і не залежить від швидкості лічби (середнього числа імпутьсів за визначений час лічби). Вона з”являється, коли рентгенівський квант, що падає, збуджує власне випромінювання “детекторного кремнію” і з детектора виходить рентгенівський квант з енергією 1,74 кеВ. В первинному енергетичному спектрі ця лінія відсутня, а потім з”являється слабка лінія з енергією 1,74 кеВ, яка розташована нижче дійсної лінії, - “пік витоку”. Це явище особливо помітне перед дуже інтенсивними лініями.

Інші хибні лінії можуть з”являтися внаслідок недосконалості багатоканального аналізатора. При високих швидкостях лічення аналізатор може додавати два послідовних імпульси, так що в результаті з”являється пік, що відповідає сумі двох енергій. В більшості випадків цей сумарний пік близікий подвоєній енергії головного піку відповідного елементу.

*Границі виявлення*

Границя виявлення обумовлена вимогою, щоб лінії чітко виділялися на основному фоні. Інтенсивність ліній повинна бути більшою, ніж інтенсивність фону на три стандартних відхилення. Малісса і Русс визначили границю виявлення на основі дослідів зі слабко легованими зразками. Границі виявлення складають менш, ніж 0,1% (за масою) при часі лічби від 100 до 500с.

* + 1. ***Рентгенівський дифракційно-дисперсійний мікроаналіз***

Дифракційно-дисперсійні системи засновані на використанні дифракції рентгенівського випромінювання на площинах кристалічної гратки. Згідно рівнянню Брега (див. мал. 8), випромінювання з визначеною довжиною хвилі λ здатно до дифракції тільки при визначеному куті ковзання θ. Таким чином, за допомогою визначення цього кута можна отримати інформацію про довжину хвилі. Дифраговане випромінювання уловлюється газонаповненими та газопрохідними пропорційними лічильниками.

Недоліки дифракційно-дисперсійних систем:

* потрібні лінії повинні бути наведені, тобто очікувані елементи повинні оброблюватися від піку до піку;
* при проходженні рентгенівських променів крізь кристал детектора мають місце великі утрати. Тому тільки частина падаючого на детектор випромінювання залишає його. В зв”язку з цим потребується значно більша інтенсивність випромінювання первинного пучка електронів (100-1000 нА);
* при отриманні зображення у вторинних електронів губиться розділення; крім того, чутлива до інтенсивного випромінювання первинного пучка поверхня зразка може бути ушкоджена.

Переваги дифракційно-дисперсійниої системи:

* потрібна ширина ліній складає тільки 0,1 ширини ліній у випадку енергодисперсійного спектру. Тому можливе розділення розташованих рядом ліній різних елементів;
* аналіз охоплює також легкі елементи з порядковими номерами вище 5 (від углероду).

***2.2.3. Методи дослідження складу за допомогою мікрорентгенівського аналізу***

*Сумарний аналіз*

При практично найменшому доцільному (20-кратному) збільшенні за допомогою растрового електронного мікроскопу можна досліджувати на зразку, розташованого під кутом 45о по відношенню до скануючого променя, прямокутну поверхню розміром 7x5 мм2 . В цій області у багатьох технічних металів ті сплавів лікваційні та інші (структурні) неоднорідності усереднюються, так що застосування рентгенівського випромінювання дозволяє здійсняти сумарний аналіз. По мірі збільшення поверхня, що сканується електронним променем, стає менша; в розумних межах проведення аналізу досягає прямокутника розміром 0,3x0,2 мм2.

За висотою піків спектру можна оцінити порядок величини вмісту різних складаючих. Для кількісного аналізу з метою створення відтворюваних геометричних умов необхідно використовувати плоскі шліфи. Якщо в межах однієї групи матеріалів досліджуються відхилення у складі невеликого числа елементів, то доцільно використовувати градуювальні криві, що зняті на зразках відомого складу. Доцільно також зробити коректування з урахуванням абсорбції, порядкового номера елемента ті флюорисценції.

*Точковий аналіз*

Після отримання за допомогою сумарного аналізу загального уявлення про склад присутніх у сплаві елементів переходять до вивчення окремих місць на поверхні об”єкту методом точкового (локального) аналізу. При цьому електронний зонд спрямовують на визначену точку зразка і досліджують область проникнення первинних електронів до критичної “дальності дії” (див. мал. 4). При збуджуючій напрузі 30 кВ глибина проникнення складає десь 5 мкм для алюмінія і десь 1 мкм для свинця. При цьому поверхня повинна бути очищеною від сторонніх шарів чи задирок.

За допомогою точкового аналізу можуть бути дуже добре ідентифіковані окремі частинки інтерметалічних, карбідних та неметалічних включень у структурі. В ряді випадків при цьому досліджувані частинки «просвічуються», і разом з ними пвд аналіз підпадає основний матеріал, що може спотворити справжні дані про склад частинок. Крім того, на результати аналізу впливає і те, що і сусідні з частинками області підлягають дії відбитих електронів. В цьому випадку, звичайно, точна кількіcна оцінка неможлива, однак частіше для ідентифікації частинок вже достатньо отримати загальну інформацію про елементи, що знаходяться в них. В деякий випадках аналіз дрібних частинок, які розташовані на поверхні свіжого зламу, є єдиним методом визначення причин його походження.

#### Лінійний аналіз

У випадку, коли при дослідженні накопичені окремі результати точкового аналізу на одному зразку і встановлений різний склад конкретного елементу, доцільно отримати уявлення про розподілення цього елементу вздовж визначеної прямої, тобто провести лінійний аналіз. Електронний зонд повільно переміщуєьтся по поверхні зразка вздовж цієї прямої. Якщо при цьому через постійні проміжки часу реєструвати число імпульсів в каналах багатоканального аналізатора, то буде отримана діаграма зміни складу по шляху, що пройдений електронним зондом. Довжина вимірювальної прямої може бути до 5 мм.

#### Картина розподілення елементів

Синхронне сканування зразка і считування з екрану растрового електронного мікроскопу дозволяє отримати картину розподілення елементів. Ці зображення тільки доповнюють результати точкового аналізу. Тонкі відмінності по концентрації елементів в цих зображеннях розподілення не відображені, однак вони є цінним доповненням до металографічних (і растрових) знімках.

На відміну від дифракційнно-дисперсійного аналізу, де картини розподілення елементів можна отримати тільки у випадку плоских зразків, при використанні енергодисперсіного аналізу картини розподілення елементів можуть бути отримані також при аналізі сильно шершавих чи зігнутих поверхонь.

* 1. ***Спектроскопія за допомогою електронів з низькою енергією (Оже-спектроскопія)***

В спектрі електронів, що випромінюються зразком, є Оже-електрони, які можуть бути використані для аналізу наружних тонких шарів (2-3 нм). Для проведення цього аналізу необхідні чистота свіжої поверхні зразків і дуже високий вакуум, що досягається при тривалому відкачуванні. Тому при використанні Оже-електронів для аналізу тонких поверхневих шарів доцільно переустаткувати РЕМ, добавивши до нього сверхвакуумну систему а також іонну гармату для очищення зразків і послідовного зняття поверхневих шарів. Слід відмітити загальну високу роздільну здатність електронних знімків (<10нм) і гарне місцеве розділення при здійснені Оже-спектроскопії.