

**Г. А. Белозеров, Е. О. Смирнова, А. С. Смирнов,
А. В. Коновалов, В. П. Швейкин**

Институт машиноведения УрО РАН, г. Екатеринбург

belaz@imach.uran.ru

Научный руководитель – д-р техн. наук *В. П. Швейкин*

ПРОБОПОДГОТОВКА И ДОРЭ-АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ ИЗ ВЫСОКОНАПОЛНЕННЫХ МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ

АННОТАЦИЯ

Предложена методика пробоподготовки образцов для анализа методом дифракции обратнорассеянных электронов (ДОРЭ) микроструктуры металломатричных композитов с высоким содержанием армирующих частиц, с помощью которой получены изображения микроструктуры металломатричного композита с размером частиц SiC, находящимся в диапазоне от 4 до 28 мкм и их объемным содержанием 50 %. На основании ДОРЭ-анализа изображений ММК SiC50/Al можно заключить, что в процессе деформации при температуре 500 °С активно проходила динамическая полигонизация.

Ключевые слова: метод дифракции обратнорассеянных электронов, металломатричные композиты, алюминий.

ABSTRACT

The technique of the preparation of samples for EBSD analysis of metal matrix composites (MMC) with the high content of reinforcing particles was proposed. Using the technique, we obtained the microstructure images of MMC with SiC size ranging between 3 and 28 μm and the volume content of 50%. Based on EBSD-analysis of SiC50/Al composite, we can conclude that in the deformation process at the temperature of 500 °C there was dynamic polygonization.

Key words: electron backscatter diffraction, metal matrix composites, aluminium.

Введение

Метод ДОРЭ применяют для исследования кристаллических материалов. По результатам анализа литературы из базы данных Scopus видно, что металлография методом ДОРЭ проводится на металломатричных композитах (ММК) с наноармирующими частицами с объемным содержанием до 15 %, микроармирующими частицами с объемным содержанием до 8 %, а также с микрочастицами SiC, имеющих форму

волокна с размерами 100 мкм. ММК с объемным содержанием армирующих частиц выше 40 % в основном изучают с помощью оптической и просвечивающей электронной микроскопии.

Изготовление шлифов для ДОРЭ-анализа из ММК с малым содержанием армирующих элементов заключается в шлифовке и электрохимической полировке. Если материал многофазный, то при электрополировке на шлифе образуется перепад высот между фазами из-за разной скорости их полирования, что может вызвать перекрытие отраженного пучка электронов. В этом случае электрохимическую полировку дополняют методом ионного полирования с помощью отдельного прибора или внутри камеры сканирующего микроскопа. В своей работе авторы *Kirchhofer R., Hunn J. D., Demkowicz P. A., Cole J. I., Gorman B. P.* частицы SiC сполировали с помощью ионов при ускоряющем напряжении 5 кВ, что позволило провести ДОРЭ-анализ. Однако полирование большой области шлифа может занимать несколько суток. Увеличение ускоряющего напряжения до 30 кВ приводит к частичному повреждению матрицы материала, и при ДОРЭ-анализе линии Кикучи снова не удается получить.

Цель данной работы – разработать методику пробоподготовки высоконаполненных металломатричных композитов с микроразмерными армирующими частицами для проведения ДОРЭ-анализа микроструктуры образцов из ММК SiC50/Al после деформации при температуре 500 °С.

Методика пробоподготовки

Обработку методики проводили на ММК, в котором в качестве матрицы выступал чистый алюминий (99,8 % Al), а армирующими элементами были частицы SiC. Размер частиц SiC находился в диапазоне 4–28 мкм, а их объемное содержание было 50 % от всего объема композита.

Методика пробоподготовки состоит из 6 шагов. **Шаг 1:** резка заготовки под образцы с помощью электроискрового станка. Перепад высот между частицами и матрицей H после первого шага составил 15 мкм. Перепад высот оценивался по профилям поверхности ММК, получаемых с помощью оптического профилометра Veeco WYKO NT1100. **Шаг 2:** шлифовка образца на станке с помощью алмазного диска для грубого выравнивания поверхности шлифа. Перепад высот H составил 9 мкм. **Шаг 3:** шлифовка на наждачной бумаге, пропитанной SiC с поэтапным уменьшением зернистости 80 и 40 мкм и механической полировкой образца алмазной суспензией с уменьшением размера частиц абразива 6, 3 и 1 мкм. Завершали этап полированием коллоидной оксидной суспензией с размером частиц 0,04 мкм. Перепад высот H – 0,5 мкм. **Шаг 4:** Электрохимическая полировка образца в течение 20 секунд для снятия деформированного слоя. Использовали электролит 90 % CH_3COOH + 10 % HClO_4 , предварительно охлажденный до 8 °С. На рис. 1, а виден результат перекрытия карбидами пучка электронов в виде засвечивания линий Кикучи при перепаде высот

2,5 мкм. Перепад высот H – 6 мкм. **Шаг 5:** механическая шлифовка и полировка образцов с применением тех же абразивов, что и на шаге 3 при скорости вращения абразивного диска не выше 200 оборотов в минуту. Перепад высот H – 0,5 мкм. **Шаг 6:** электрохимическая полировка образца в течение 4 с и перепад высот достиг 1,4 мкм. На рис. 1, б приведен типичный пример, получаемых линий Кикучи при перепаде высот H находящемся в районе 1 мкм. Свыше 2 мкм на линиях Кикучи появляется засветка, и пробоподготовку нужно начинать с шага 5.

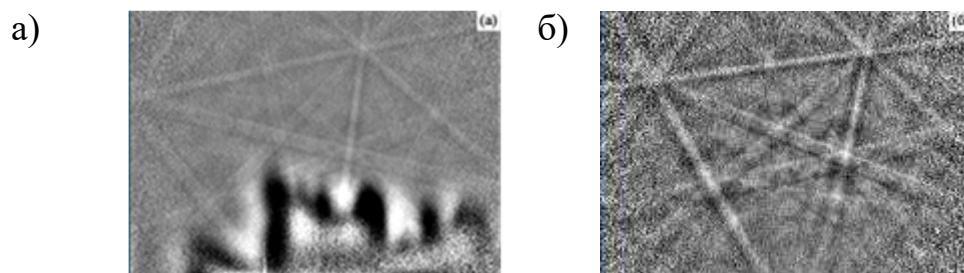


Рис. 1. Линии Кикучи при перепаде высот H 2,5 (а) и 1 мкм (б)

На рис. 2 приведены изображения микроструктуры образца из ММК SiC50/Al до и после деформации при температуре 500 °С. Крупные черные пятна на рис. 2 являются в основном частицами SiC. Серыми линиями на рис. 2 показаны малоугловые границы с разориентацией в диапазоне от 2 до 15 °, а высокоугловые границы ($\Theta > 15^\circ$) изображены черными линиями.

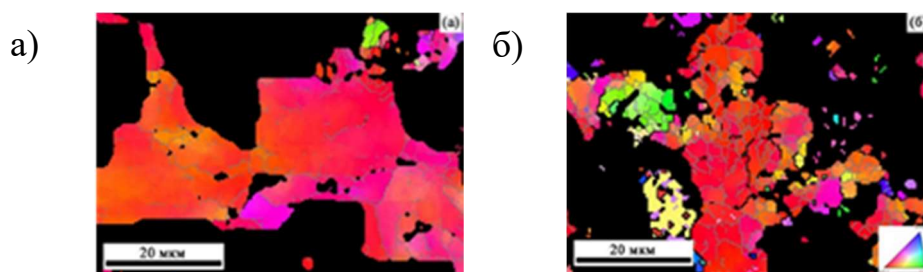


Рис. 2. Микроструктура в центральной зоне образца ММК SiC50/Al перед деформацией (а) и после деформации при температуре 500 °С (б),

Из изображений микроструктуры образцов до и после высокотемпературной деформации (см. рис. 2) видно, что после деформации количество малоугловых границ увеличилось. В результате можно заключить, что в процессе деформации шла динамическая полигонизация, которая привела к разупрочнению композита.

Выводы

1. Предложена итерационная методика пробоподготовки образцов для ДОРЭ-анализа металломатричных композитов с высоким содержанием армирующих частиц.

2. С помощью разработанной методики получены изображения микроструктуры металломатричного композита с размером частиц SiC, находящимся в диапазоне от 4 до 28 мкм и их объемным содержанием 50 %.

3. На основании ДОРЭ-анализа изображений ММК SiC50/Al можно заключить, что в процессе деформации при температуре 500 °С активно проходила динамическая полигонизация.