

***Р. Ф. Муфтахетдинова^{1*}, К. А. Бадеха^{1,2}, Е. В. Брусницына¹,
Г. А. Яковлев¹***

¹Уральский федеральный университет имени первого Президента России
Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

²Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского Российской
академии наук (ГЕОХИ РАН), г. Москва

*gizrozka91@bk.ru,

Научный руководитель – проф., канд. техн. наук *В. И. Гроховский*

ПРИМЕНЕНИЕ EBSD-АНАЛИЗА В МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОМ ИССЛЕДОВАНИИ МЕТЕОРИТОВ

В данной работе исследовалась структура металла метеоритного происхождения с помощью метода дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD). Приведены примеры фазового и ориентационного картирования для идентификации фаз и структурных превращений в метеоритном веществе.

Ключевые слова: метеориты, структура, фазовые превращения, EBSD анализ.

R. F. Muftakhetdinova, K. A. Badekha, E. V. Brusnitsyna, G. A. Yakovlev

APPLICATION OF EBSD METHOD IN METALLOGRAPHIC STUDY OF THE METEORITES

In this work we investigated the structure of the meteoritic metal using method of electron back-scatter diffraction (EBSD). Examples of phase and orientation mapping technique for identification of phases and structural transformations in a meteorite substance are given.

Keywords: meteorites, structure, phase transformations, EBSD analysis.

Металлографические исследования металла внеземного происхождения в Уральском федеральном университете ведутся с 1971 года. Они начинались с изучения металлических фаз в лунном грунте. Для идентификации фаз важно, кроме данных о морфологии и локальном химическом составе, иметь дифракционную картину. Это возможно при регистрации линий Косселя и линий Кикучи. Методом Косселя были определены параметры решетки камасита в частицах лунного грунта, доставленного АМС «Луна-16» и «Луна-20». Зачастую новые аналитические возможности опробываются при исследовании метеоритного металла. В последнюю четверть века новые возможности дали FIB, СТ, наноиндентирование, EBSD, система анализа изображений. Особенно широкие возможности в получении локальной

кристаллографической информации демонстрирует метод EBSD. Первые результаты применения этого метода на метеоритах представлены в работах [1, 2]. В данной работе даны примеры фазового и ориентационного EBSD анализа для идентификации фаз и структурных превращений в метеоритном металле.

Исследования проводились с использованием FE-SEM SIGMA VP и SEM JEOL JSM-6490LV с возможностью EDS и EBSD. Кроме того, была использована программа CaRIne Crystallography 3.1 для получения стереографических проекций и моделирования структуры кристаллов. Объектами исследования были метеориты различного типа: Челябинск (LL5), Сихотэ-Алинь (IIAB), Чинге (Iron, ung), Билибино (IIAB), Алискерово (IIAB).

Метод EBSD имеет широкий спектр применений для изучения различных минералов метеоритного происхождения. Например, идентификация тонких пластин роалдита $(\text{Fe,Ni})_4\text{N}$ является весьма сложной задачей из-за сходства его морфологии со стержнями рабдитов и линий Неймана, особенно в диапазоне размеров менее 1 мкм. Тем не менее, метод EBSD позволил идентифицировать роалдит в метеорите Сихотэ-Алинь. Фазовая контрастная карта демонстрирует присутствие камасита, рабдита и роалдита (рис. 1, а, б, в). Характер морфологии роалдитов в метеорите Сихотэ-Алинь показал, что после выделения стержней рабдита образовался роалдит [3].

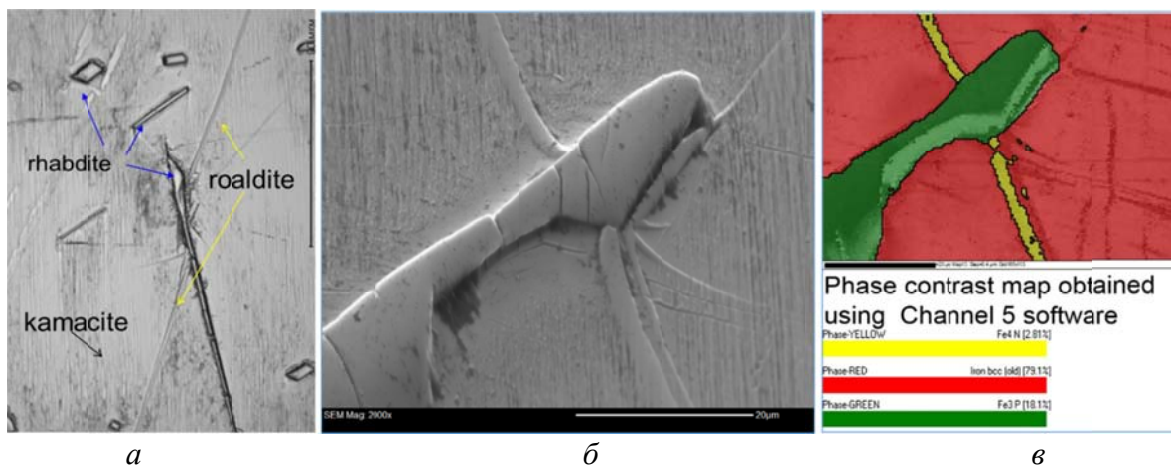


Рис. 1. Идентификация тонких пластин роалдита в метеорите Сихотэ-Алинь:
а – оптическое изображение зоны с тонкими пластинами роалдита; б – SEM-изображение пересечения тонких пластин роалдита со стержнем рабдита; в – фазовое картирование EBSD соответствующей области

В обыкновенном хондрите Челябинск LL5 проведено сравнительное исследование микроструктурных особенностей в темной и светлой литологиях и выполнена оценка скоростей охлаждения в областях спинодального распада γ -фазы (тетратэнита). В результате исследований удалось найти и идентифицировать с помощью метода EBSD минерал

хаксонит $(\text{Fe,Ni})_{23}\text{C}_6$ (рис. 2, *а*, *б*, *в*). Ранее кубический карбид в железных метеоритах был хорошо описан в работе [4]. В [5] было предложено, что графит и карбиды выделились после окончания кристаллизации.

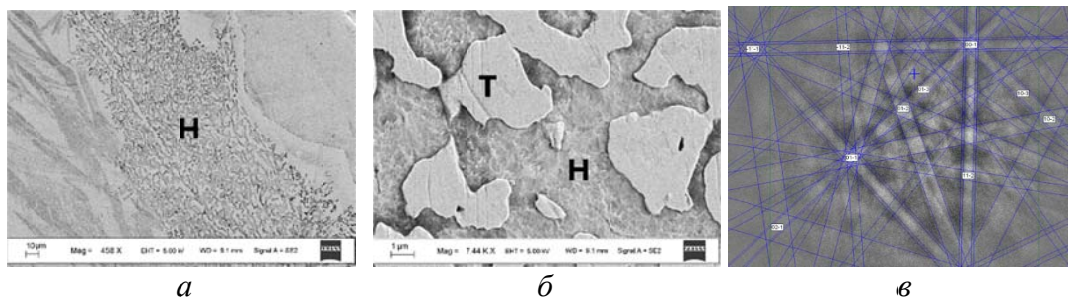


Рис. 2. Идентификация хаксонита: *а* и *б* – снимок РЭМ областей ассоциаций хаксонита (Н) и тэнита (Т) в метеорите Челябинск LL5 при различном увеличении; *в* – наложение наблюдаемых и рассчитанных из моделей линий Кикучи

Кроме того, этот метод позволил предположить механизм образования Шлирен-полос (полосы селективного отражения – ПСО) в атакситах (рис. 3, *а*, *б*). Каждый исследованный атаксит демонстрирует набор из трех основных ориентаций ОЦК, которые сохраняются и в соседних ПСО, но доминирующая ОЦК ориентация в этих полосах различна (рис. 3, *в*). Доминирующие ориентации ОЦК в полосах Шлирена совпадали с ориентацией камаситовых балок, поэтому ПСО были вытянуты параллельно направлениям структуры Видманштетта. Как и в случае бейнитного превращения, в металле атакситов присутствует остаточная ГЦК-фаза. Выполнение ОС Курдюмова-Закса между ОЦК кристаллами и ГЦК-фазой указывает на последовательность фазовых превращений в плессите. Однако наличие преимущественных ориентировок, в несколько раз доминирующих над остальными, говорит о том, что с реечным мартенситом данную структуру в полной мере связать нельзя. Следуя работе [6], мы предполагаем, что в метеоритном металле произошел процесс, сходный с образованием реечного мартенсита в стали с последующим распадом в области бейнитного превращения. Предполагается следующий механизм реакции: $\gamma_R \rightarrow \alpha_2 + \gamma_R \rightarrow \alpha' + \gamma_E + \gamma_R$ [7, 8].

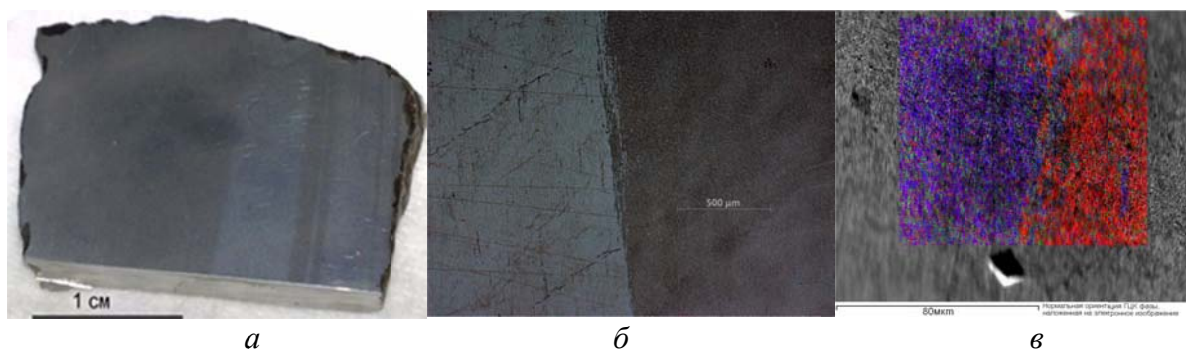


Рис. 3. *а* и *б* – оптическое и SEM- изображения исследуемого образца метеорита Чинге с областями полос селективного отражения; *в* – SEM-изображение с наложенной ориентационной картой

EBSD анализ служит отличным инструментом для решения задач связанных с измерением ориентации без изменения химического и фазового состава. Так, в образцах метеорита Сихотэ-Алинь после ударного нагружения вокруг некоторых рабдитов обнаружены области контактного плавления на границе камацит-рабдит. Концентрация Ni не изменилась по сравнению с исходной матрицей камасита. Анализ EBSD показал разориентацию сформированной каймы вокруг рабдита и самого рабдита. Фазовая карта демонстрирует ГЦК-решетку (рис. 4, *а*, *б*, *с*). Эвтектическая жидкость в этих областях образуется при локальном повышении температуры. Микрорентгеноспектральный анализ (EDS) этих регионов (каймы) показал пониженное содержание фосфора по сравнению с содержанием в рабдите. На фазовых и ориентационных картах была показана поликристаллическая фаза α -Fe(Ni). В областях контактного плавления после нагревания и быстрого охлаждения образуется перенасыщенный твердый раствор Р в камасите (α -Fe (Ni,P)) [9].

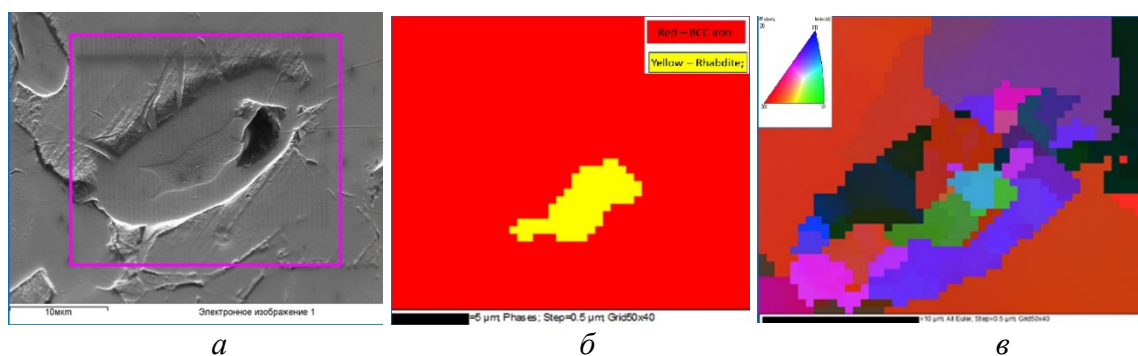


Рис. 4. Исследование зоны контактного плавления: *а* – SEM-изображение зоны контактного плавления; *б* – фазовое картирование EBSD; *в* – ориентационная карта зоны контактного плавления

Структурные превращения на мигрирующих границах, подобные имеющим место в железных метеоритах Билибино и Алискерово, ранее были описаны в каменном метеорите Richardton (H5) [10]. Они наблюдались вблизи межфазной границы металл/силикат и проявлялись в виде незавершенной реакции прерывистого (ячеистого) распада камасита и тэнита. Эти превращения объяснялись повторным нагревом деформированного вещества. Обнаружение незавершенных реакций в железных метеоритах, длительное время находившихся в земных условиях, позволило выявить новый тип структурных изменений, играющих существенную роль в преобразовании метеоритного металла на Земле [11, 12].

Итак, продемонстрированные возможности метода дифракции отраженных электронов являются необходимым и важным инструментом для решения задач изучения кристаллической структуры, морфологии и свойств субмикроскопических продуктов фазовых превращений в метеоритном металле.

Работа выполнена при частичной поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Проекты 5.4825.2017 / 6.7, 5.3451.2017 / 4.6).

ЛИТЕРАТУРА

1. Zucolotto M. E. Electron back-scattered diffraction studies of the Barbacena meteorite / M. E. Zucolotto, A. L. Pinto // *Meteoritics and Planetary Science*. 2000. Vol. 35. № 5. P. 180.
2. Zucolotto M. E. A metallographic and EBSD study of the Maria da Fe iron / M. E. Zucolotto, A. L. Pinto // *Meteoritics and Planetary Science*. 2001. Vol. 36. № 9. P. 234.
3. Uymina K. A. Identification and study of roaldite in Sikhote-Alin IIAB using EBSD method / K. A. Uymina, V. I. Grokhovsky, M. S. Karabanalov // *Meteoritics and Planetary Science*. 2010. Vol. 45. № 1. P. 205.
4. Scott E. R. D. New carbide, $(\text{Fe}, \text{Ni})_{23}\text{C}_6$, found in Iron Meteorites / E. R. D. Scott // *Nature. Physical science*. 1971. Vol. 229. P. 6–62.
5. Scott E. R. D. Occurrence of carbides and graphite in iron meteorites and origin of C-rich Irons / E. R. D. Scott, J. I. Goldstein // 43rd LPS. 2012. Abstract № 2671.
6. Родионов Д. П. Стальные монокристаллы / Д. П. Родионов, В. М. Счастливцев. Екатеринбург : УрО РАН, 1996. 273 с.
7. Origin of Schlieren bands in Chinga ataxite / V. I. Grokhovsky [et al.] // *Meteoritics and Planetary Science*. 2008. Vol. 43, № 7. P. 50.
8. Badekha K. A. Study of Schlieren bands in the ataxites using EBSD method / K. A. Badekha, V. I. Grokhovsky, G. A. Yakovlev // *Meteoritics and Planetary Science*. 2012. Vol. 46. № S1. P. A49.
9. Gizzatullina R. F. The structural changes in the kamacite-rhabdite boundary regions of shock loaded Sikhote-Alin iron meteorite / R. F. Gizzatullina, V. I. Grokhovsky, G. A. Yakovlev // *Meteoritics and Planetary Science*. 2014. Vol. 49, № S1. P. A137.
10. Grokhovsky V. I. Discontinuous precipitation reactions in α and γ phases of meteoritic metal / V. I. Grokhovsky, H. J. Axon // *Journal of Materials Science Letters*. 1982. Vol. 1. P. 485–488.
11. Klinger L. Theory of the Kirkendall effect during grain boundary interdiffusion / L. Klinger, E. Rabkin // *Acta Mater*. 2011. Vol. 59. P. 1389–1399.
12. The structure evolution under climatic and microbial terrestrial conditions / G. A. Yakovlev [et al.] // *Meteoritics and Planetary Science*. 2013. Vol. 48. № S1. P. A382.