

2. Нормализующая прокатка позволяет получить средние значения механических свойств:  $\sigma_{0,2}=423$  МПа,  $\sigma_B=565$  МПа,  $\delta=28\%$ ,  $KV_{20}=93$  Дж непосредственно в технологическом потоке; однако она требует строгого соблюдения режима прокатки и последующего охлаждения.
3. Нормализация стали S355 от 930 °C обеспечивает получение стабильного уровня механических свойств:  $\sigma_{0,2}=360$  МПа,  $\sigma_B=552$  МПа,  $\delta=29\%$ ,  $KV_{20}=110$  Дж.
4. Изменение технологии обработки путем перехода от горячей прокатки к нормализующей прокатке и нормализации положительно влияет на микроструктуру стали, снижая полосчатость и увеличивая при этом степень дисперсности структуры.

**Список использованных источников:**

1. Z. Guo, W. Sha. Modelling the correlation between processing parameters and properties of maraging steels using artificial neural network // Computational Materials Science. – 2004. – 29 – P. 12–28
2. C. Galasso & E. Cosenza. Statistical analysis of reinforcing steel properties for seismic design of RC structures // Dipartimento di Ingegneria Strutturale, Università degli Studi di Napoli Federico II, Naples, Italy. [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <http://www.wpage.unina.it>.
3. L.A. Dobrzański, R. Honysz. Application of artificial neural networks in modeling of normalized structural steels mechanical properties // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2009. – 32 – P. 37–45

Рецензент: А. М. Скребцов  
д-р тех. наук, проф., ГВУЗ «ПГТУ»

Статья поступила 5.12.2010

УДК 537.533.3

Соляник Н.Х.<sup>1</sup>, Гаркуша Г.Г.<sup>2</sup>, Жерлицина О.В.<sup>3</sup>

**ПРЕПАРИРОВАНИЕ ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ**

*Рассмотрены методики подготовки объектов для исследования сплавов на просвечивающем электронном микроскопе, реактивы и режимы препарирования объектов исследования для электронной микроскопии.*

**Ключевые слова:** препарирование, электронная микроскопия, образец, реактив, реплика.

**Соляник М.Х., Гаркуша Г.Г., Жерлицина О.В. Препарування об'єктів дослідження для електронної мікроскопії.** Розглянуті методики підготовки об'єктів для дослідження сплавів на електронному мікроскопі, що просвічує, реактиви і режими препарування об'єктів дослідження для електронної мікроскопії.

**Ключові слова:** препарування, електронна мікроскопія, зразок, реактив, реплика.

**N.Kh. Solyanik, G.G. Garkusha, O.V. Zherlitsina. Preparing standard of study for an electronic microscopy.** The methods of preparation of objects are considered for research of alloys on a translucent electronic microscope, reagents and modes of preparing of research objects for an electronic microscopy.

**Keywords:** preparing, electronic microscopy, standard, reagent, remark.

**Постановка проблемы.** В отличие от световой микроскопии, где исследование микроструктуры металлических материалов проводится на микрошлифах массивных образцов на отражение, в просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) используются специальные пре-

<sup>1</sup> доцент, Азовский морской институт Одесской национальной морской академии, г. Мариуполь

<sup>2</sup> канд. техн. наук, профессор, Азовский морской институт Одесской национальной морской академии, г. Мариуполь

<sup>3</sup> ст. преподаватель, Азовский морской институт Одесской национальной морской академии, г. Мариуполь

параты – реплики или фольги, прозрачные для электронов. Приготовление их требует сложной, весьма тонкой и трудоемкой работы.

**Анализ последних исследований и публикаций.** Объекты исследований в электронной микроскопии – большей частью твёрдые тела. В просвечивающих (ПЭМ), в которых электроны с энергиями от 1 кэВ до 5 МэВ проходят сквозь объект, изучаются образцы в виде тонких плёнок, фольги, срезов и т. п. толщиной от 1 нм до 10 мкм (от  $10^1$  Å до  $10^5$  Å). Поверхностную и приповерхностную структуру массивных тел с толщиной существенно больше 1 мкм исследуют с помощью непросвечивающих растровых электронных микроскопов (РЭМ).

Можно изучать порошки, микрокристаллы, частицы аэрозолей и т. д., нанесённые на подложку: тонкую плёнку для исследования в ПЭМ или массивную подложку для исследования в РЭМ. Поверхностная геометрическая структура массивных тел изучается и методом реплик: с поверхности такого тела снимается отпечаток в виде тонкой плёнки углерода, коллодия, формвара и др., повторяющий рельеф поверхности и рассматриваемый в ПЭМ. Обычно предварительно на реплику в вакууме напыляется под скользящим (малым к поверхности) углом слой сильно рассеивающего электроны тяжёлого металла (например, Pt), оттеняющего выступы и впадины геометрического рельефа. При исследовании методом так называемого декорирования не только геометрической структуры поверхностей, но и микрополей, обусловленных наличием дислокаций, скоплений точечных дефектов, ступеней роста кристаллических граней, доменной структуры и т. д., на поверхность образца вначале напыляется очень тонкий слой декорирующих частиц (атомы Au, Pt и др., молекулы полупроводников или диэлектриков), осаждающихся преимущественно на участках сосредоточения микрополей, а затем снимается реплика с включениями декорирующих частиц [1 – 2].

**Цель статьи** – дать рекомендации по выбору методики подготовки объектов электронной микроскопии, а также по использованию реактивов и режимов препарирования.

**Изложение основного материала.** Дифференцирование аустенита и феррита при исследовании двухфазных сталей можно значительно облегчить, применив метод двойных пленок. Шлифы, приготовленные обычным способом с выявленной микроструктурой, подвергаются повторному травлению в кипящем реактиве Гросбека (1 мин.). При этом происходит избирательное окисление ферритной составляющей. После промывки и сушки шлиф напыляется графитом. Угольные реплики отделяются вместе с окисной пленкой. При просмотре в электронном микроскопе эти участки значительно темнее, благодаря чему можно легко определить и фазы. Так как толщина окисной пленки зависит от степени окисления, то этот метод можно применять для исследования процессов выделения карбидов и интерметаллидов, а также степени легированности участков феррита. Отделение реплик производится в реактиве Поповой без добавления лимонной кислоты.

В изломах и макроструктуре темплетов часто наблюдаются дефекты типа флокенов (рис. 1), которые по своему расположению и размерам напоминают термические трещины.

Очень важно достоверно определить природу дефектов. Аналогичная задача возникает при обнаружении светлых пятен в изломах разрывных и ударных образцов.

В подобных случаях используется локальный метод определения реплик с интересующих участков. Экспериментально установлено, что поверхность флокена имеет своеобразный вид, не похожий на другие поверхности разрушения. На хрупкой, несколько вялой и сглаженной поверхности разрушения имеются вязкие, округлые участки отрыва, образовавшиеся при разрушении образца.

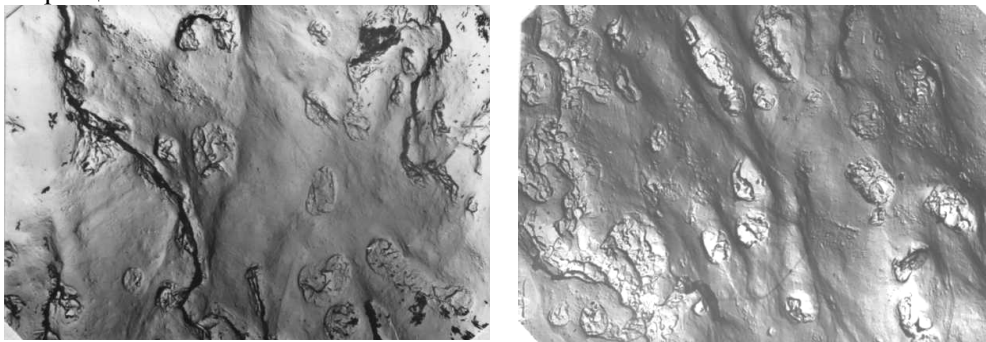


Рис. 1 – Флокены.

При исследовании природы дефектов макроструктуры сталей применяется электронная фрактография поверхности излома по месту дефекта. В ряде случаев, наряду с участками обычного вида, встречаются участки со специфическим геометрическим узором типа «муар» (рис. 2). Поверхность сглаженная. Такой вид излома встречается в дефектах типа «паук» в стали Э, «подкорковые пузыри» в стали 25Х2ГНТА, «сколы» в стали 12Х2Н4А, «межкристаллитные трещины» в стали ЭИ-319 (рис. 3). Экспериментально показано, что такая поверхность образуется при испарении металла при высокой температуре в вакууме.

Наличие в изломах участков типа «муар» может однозначно свидетельствовать об образовании в металле несплошностей при высокой температуре.

При выявлении нитридов бора в аустенитной стали отделение реплик с излома производят в реактиве, охлажденном до температуры 30 – 40 °С, в состав которого входят: метанол – 1100 мл, соляная кислота – 50 мл, глицерин – 50 мл. Охлаждение реактива производят в спиртовой ванне с добавлением углекислоты. Температура ванны должна быть 50 °С. Время отделения реплик 1,0 – 1,5 ч. К концу отделения температура реактива повышается до 20 °С. Реплики после отделения сразу помещаются в спирт, быстро промываются и просматриваются в электронном микроскопе [3].

Применение фрактографии для изучения границ зерен низкоуглеродистой стали не всегда возможно вследствие высокой вязкости и почти полного отсутствия участков хрупкого разрушения по границам в изломах образцов.

Хороший эффект дает применение глубокого травления шлифов в реактиве Фераль (этиловый спирт – 50 мл, соляная кислота – 5 мл, хлорное железо – 5 мг, метиловый спирт – 50 мл). Травление электролитическое при токе 100 – 200 мА в течение 30 – 60 сек.

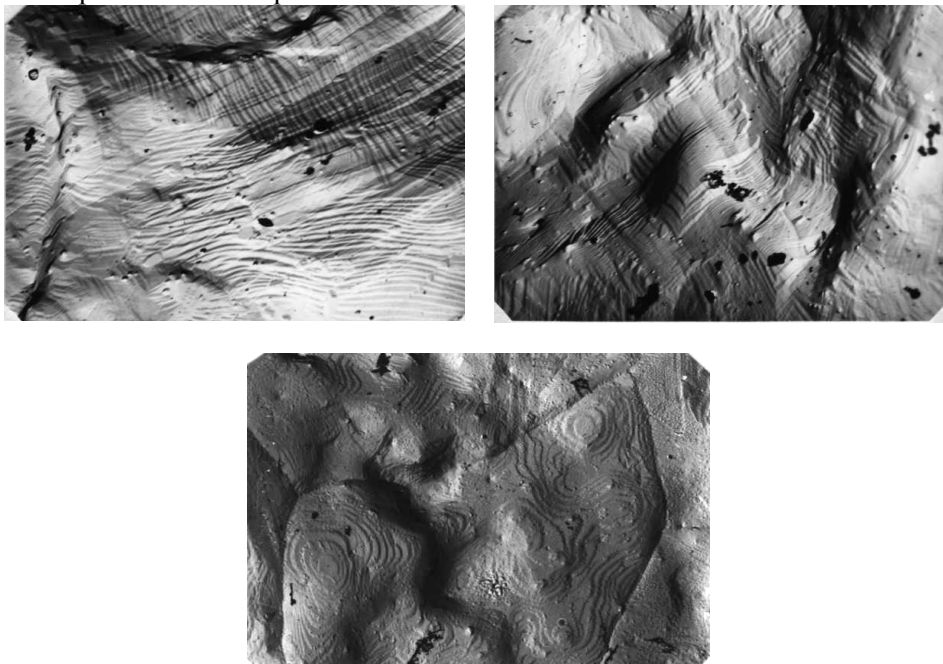


Рис. 2 – Высокотемпературные трещины.

В результате травления в глубоком рельефе обнажаются большие участки границ с включениями, которые захватываются репликой. При отделении реплик от шлифа, во избежание разрывов следует применять химическое отделение в 10 %-ном водном растворе азотной кислоты.

Описанная методика успешно применяется для исследования нитридов алюминия и окисло-силикатных пленок в сталях марок «Э», 10ГН, 11ЮА.

Изготовление тонких фольг из зоны соединения биметалла, особенно в случае металлов с разной электрополируемостью, затруднено. Полировка фольг, вырезанных перпендикулярно плоскости соединения, обычно приводит к тому, что одна из составляющих полируется быстрее, в результате чего фольги разрушаются вдоль границы соединения.

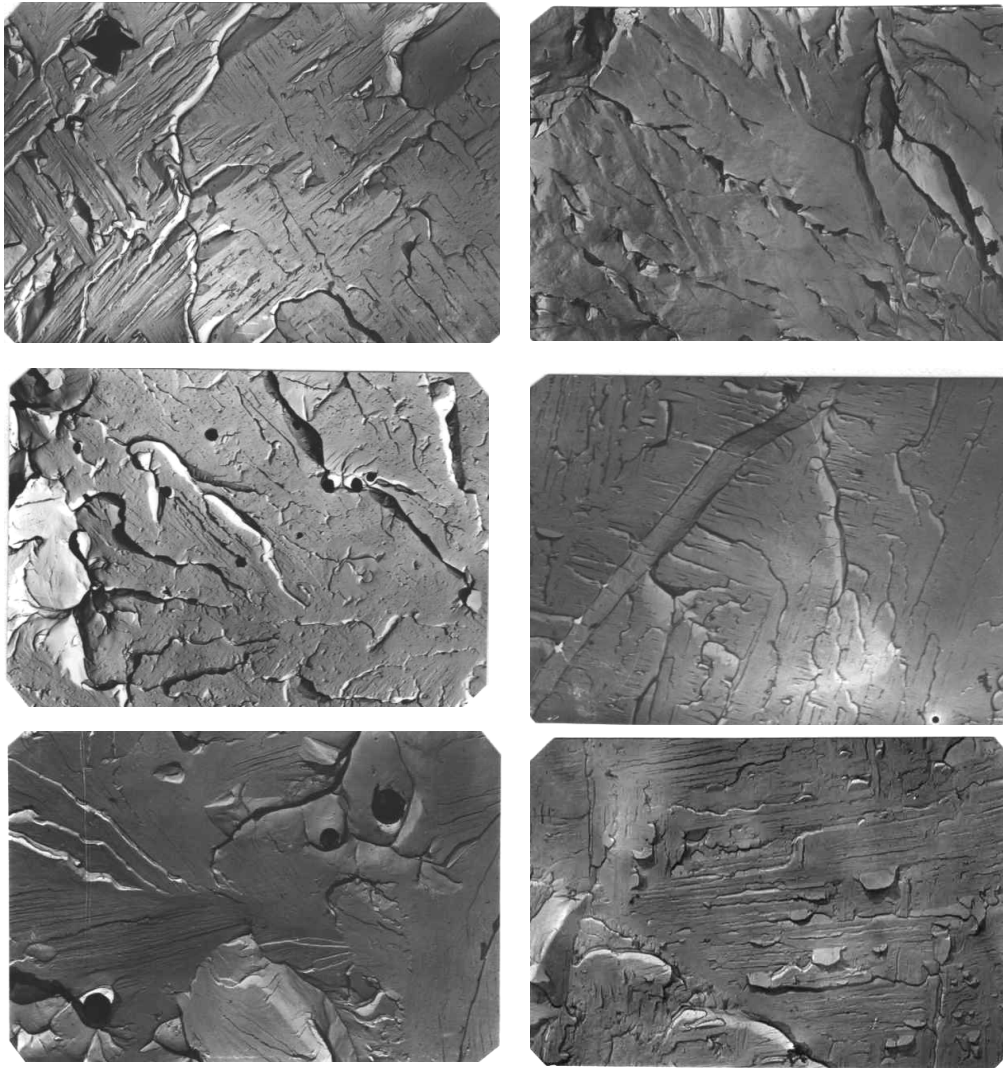


Рис. 3 – Хрупкое внутризеренное разрушение («язычки», «речной узор», «сколы» и т.д.).

В таких случаях следует применять одностороннюю электрополировку, заключающуюся в следующем:

а) заготовка фольги вырезается вдоль плоскости соединения слоев биметалла и обрабатывается на наждачной бумаге до толщины 0,1 мм так, чтобы зона соединения оставалась в середине;

б) в специальной оправке производится электролитическая полировка одной стороны фольги проточным электролитом в установке «Элиповист»;

в) полировка ведется до появления гребней волн второй компоненты, после чего полируется другая сторона до появления отверстий, вблизи которых имеются участки, пригодные для просмотра в электронном микроскопе.

При электролитическом отделении реплик со шлифов и изломов средне- и высокоуглеродистых сталей трудно избавиться от скоплений частиц цементита, оседающих на реплику при подтравливании.

Применение хлорноуксусного реактива ( $900 \text{ см}^3$  – ледяная уксусная кислота;  $100 \text{ см}^3$  – хлорная кислота ( $\rho = 1,62 - 1,65 \text{ г/см}^3$ ), ванна с электролитом охлаждается проточной водой, хлорная кислота с  $\rho = 1,57 \text{ г/см}^3$  может быть доведена до  $\rho = 1,62 - 1,65 \text{ г/см}^3$  путем выпаривания) для отделения с таких сталей позволяет получить чистые реплики. При этом следует применять свежий, прозрачный реактив. Подтравливание производится кратковременными импульсами тока при напряжении 10 В. После каждого импульса реплики смываются водой. Обычно достаточно одного – двух импульсов.

### Выводы

1. В практической работе режимы электрополирования шлифов, фольг и режимы отделения реплик подбирают эмпирически, так как современная теория еще не позволяет сделать расчеты конкретных условий процесса.
2. При выборе состава электролита предпочтительно использовать электролит, который позволяет проводить качественное полирование при температурах, близких к комнатным.

### Список использованных источников

1. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.Н. Иванов, Л.Н. Расторгуев. – М.: Металлургия, 1982. – 632 с.
2. Синдо Д. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия / Д. Синдо, Т. Оикава. – М.: Техносфера, 2006. – 256 с.
3. Соляник Н.Х. Препарирование объектов исследования для электронной микроскопии: методическое пособие / Н.Х. Соляник, Г.Г. Гаркуша, О.В. Жерлицина. – Мариуполь: АМИ ОНМА, 2011. – 40 с.

Рецензент: В.Г. Ефременко  
д-р техн. наук, проф., ГВУЗ «ПГТУ»

Статья поступила 05.04.2011

УДК 669.017

Ткаченко Ф.К.<sup>1</sup>, Гаврилова В.Г.<sup>2</sup>, Григорьева М.А.<sup>3</sup>, Русецкий В.А.<sup>4</sup>, Ткаченко Н.В.<sup>5</sup>

### ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИОННОГО УПРОЧНЕНИЯ В ПРОЦЕССЕ РАСТЯЖЕНИЯ СТАЛИ X70, ЗАКАЛЕННОЙ ИЗ МЕЖКРИТИЧЕСКОГО ИНТЕРВАЛА

*В работе исследовано влияние структурного состояния трубной стали X70, полученного в результате закалки из межкритического интервала, на склонность к деформационному упрочнению в процессе растяжения.*

**Ключевые слова:** *штрипсовая сталь X70, межкритический интервал, деформационное упрочнение, кривая растяжения.*

**Ткаченко Ф.К., Гаврилова В.Г., Григор'єва М.О., Русецький В.А., Ткаченко Н.В.** *Особливості деформаційного зміцнення у процесі розтягнення сталі X70, загартованої з міжкритичного інтервалу. У роботі досліджено вплив структурного стану трубної сталі X70, отриманого в результаті загартування з міжкритичного інтервалу на схильність до деформаційного зміцнення в процесі розтягання.*

**Ключові слова:** *штрипсова сталь X70, міжкритичний інтервал, деформаційне зміцнення, крива розтягнення.*

**F.K.Tkachenko, V.G. Gavrilova, M.A. Grigoreva, V.A. Rusetskiy, N.V. Tkachenko.** *Influence of the structural state of pipe steel of X70 is got as a result of tempering from an intercritical interval. Influence of the structural state of pipe steel of X70 is got as a result of tempering from an intercritical interval on propensity to the de-structure work-hardening in the process of tension are investigated in this work.*

**Keywords:** *pipe steel X70, intercritical interval, deformation hardening, a curve of a stretching.*

**Постановка проблемы.** Непрерывное повышение требований к сталям, применяемым для изготовления сварных газопроводных труб большого диаметра, вызывает необходимость дальнейшего совершенствования химического состава и структурного состояния за счет опти-

<sup>1</sup> д-р техн. наук, профессор, ГВУЗ «Приазовский государственный технический университет», г. Мариуполь  
<sup>2</sup> канд. техн. наук, доцент, ГВУЗ «Приазовский государственный технический университет», г. Мариуполь  
<sup>3</sup> канд. техн. наук, доцент, ГВУЗ «Приазовский государственный технический университет», г. Мариуполь  
<sup>4</sup> канд. техн. наук, доцент, ГВУЗ «Приазовский государственный технический университет», г. Мариуполь  
<sup>5</sup> аспирант, ГВУЗ «Приазовский государственный технический университет», г. Мариуполь