

Uporaba transmisijske elektronske mikroskopije (TEM) pri metalurških raziskavah

DK: 620.187:621.385.833

ASM/SLA: M21e

Viktor Kraševac

Pričujoče delo predstavlja kratek pregled razvoja, dosežkov in uporabe transmisijske elektronske mikroskopije (TEM), tj. metode, ki se je v zadnjih letih uveljavila v svetu kot ena izmed osnovnih tehnik pri raziskavah materialov. Namen dela je seznaniti bralca z osnovnimi principi delovanja elektronskega mikroskopa (EM), načinom priprave vzorcev in z možnostmi, ki jih TEM nudi. Na številnih praktičnih zgledih je prikazana uporabnost TEM pri metalurških raziskavah materialov.

TRANSMISIJSKA ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA

Do uporabe EM pri metalurških raziskavah materialov je prišlo razmeroma pozno, čeprav so bili številni 50 do 100 kV instrumenti z ločljivostjo 25 do 100 Å na trgu že takoj po koncu druge svetovne vojne. Vzrok temu je bila poleg neizkušenoosti v pripravljanju vzorcev tudi relativna nezainteresiranost za raziskave, ki so bile tedaj omejene na študij površin z raznimi repličnimi tehnikami. Leta 1949 pa je Heidenreich¹ uspelo stanjšati folijo deformiranega aluminija na debelino, ki je bila prozorna za elektrone v EM ter pokazati, da je možno na ta način dobiti pomembne podatke o mikrostrukturi materiala. V naslednjih nekaj letih je prišlo do široke uporabe TEM pri raziskavah materialov, predvsem zaradi uvedbe številnih novih in uspešnejših preparativnih tehnik, razvoja teorije uklonskega kontrasta, ki je bila potrebna za interpretacijo EM posnetkov, ter ne nazadnje zaradi izboljšave instrumenta z uvedbo elektromagnetnih leč in povečanjem ločljivosti pod 10 Å. Danes je TEM s približno 100-krat večjo ločilno sposobnostjo ter neprimerno večjo globinsko ostrino, kot jo ima optični mikroskop (OM), postala nepogrešljiva pri raziskovanju mikrostruktur, manjših od 1 µm, t. j. v področju, kjer je doslej le uklon rentgenskih žarkov lahko nudil nekatere statistične podatke. Določevanje velikosti, oblike in porazdelitve mikrostrukturnih tvorb, kot so skupni mrežni defekti, razni izločki, pore itd., direktno s TEM je danes rutinsko delo mnogih raziskovalnih laboratorijev. Poleg tega TEM omogoča direktno opazovanje takih defektov, kot so

dislokacije, napake v zložitvi posameznih plasti atomov v kristalu, dvojčki, meje med zrnji, meje med feroelektričnimi oz. magnetnimi domenami, meje med posameznimi, z različno fazo urejenimi področji itd.; v kombinaciji s pripadajočo mikrodifrakcijo elektronov (uklon elektronov z omejenega dela opazovanega področja, glej sl. 1c) omogoča določevanje kristalografskih karakteristik teh defektov; s selektivnim upodabljanjem v temnem polju (sl. 1b) omogoča identifikacijo področij z različno strukturo, oz. orientacijo; in končno, ob uporabi posebnih naprav za hlajenje, oz. segrevanje ter mehansko deformacijo vzorca omogoča TEM spremljanje kinetike procesov pri raznih faznih premenah, izločanju drugih faz ter deformaciji in rekristalizaciji in situ v elektronskem mikroskopu.

Prispevek TEM znanosti v fiziki kovin je bil v zadnjih letih ogromen. Nedvomno najpomembnejši je bil prispevek TEM k uveljavitvi dislokacijske teorije pri tolmačenju procesov, ki povzročajo plastično deformacijo materialov. Nemalokrat so eksperimentalna odkritja celo usmerjala nadaljnji razvoj dislokacijske teorije. Študij mikrostrukturnih sprememb, ki spremljajo fazne preme v splošnem in martenzitne preme posebej, je bilo drugo področje, kjer so bile TEM raziskave izredno plodovite. Skoraj vse fenomenološke teorije o martenzitivnih premenah so bile narejene na osnovi mikrostrukturnih karakteristik, dobljenih s TEM. Verjetno najštevilnejše in tehnološko najpomembnejše pa so TEM raziskave vpliva izločenih primesi, oz. interakcij med izločki in dislokacijami na mehanske lastnosti materialov. Posledica teh raziskav so bile v znatni meri izboljšane mehanske lastnosti mnogih tehnološko pomembnih materialov. TEM je postala nepogrešljiva tudi na mnogih drugih področjih, kot so študij radiacijskih poškodb v materialih, raziskave prehodov nered—red, proučevanje feroelektričnih in magnetnih struktur i. dr. Z ozirom na to ni nemestno zaključek, da se je TEM na področju raziskav materialov dokončno uveljavila kot ena izmed osnovnih raziskovalnih tehnik².

ELEKTRONSKI MIKROSKOP

Optična zgradba EM je v principu podobna zgradbi projekcijskega tipa OM, čeprav ima prvi običajno tristopenjsko povečavo. EM sestoji iz

dr. Viktor Kraševac je znanstveni sodelavec instituta J. Stefan v Ljubljani

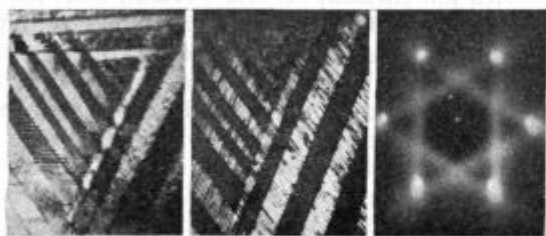
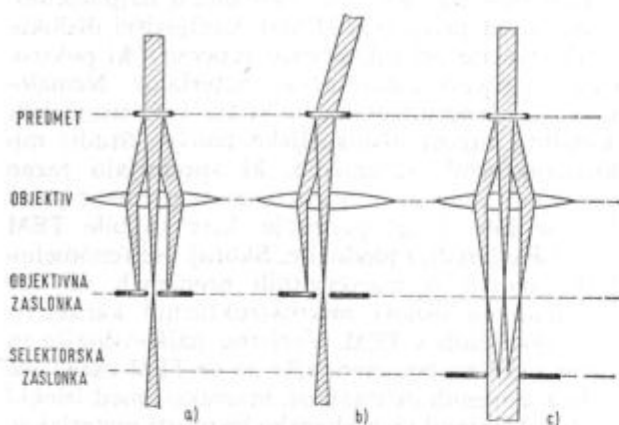
tako imenovane elektronske puške, ki daje snop elektronske svetlobe, ter sistema elektromagnetnih leč (sl. 1a), ki na elektronsko svetlobo učinkujejo podobno kot steklene leče na svetlobo v OM. Elektronska puška in leče so zaprte v evakuiran kovinski steber, da ne bi prišlo do prevelikega razsipanja elektronov na zračnih delcih. Valovna dolžina elektronov, ki so pri instrumentih standardne izvedbe pospešeni z napetostjo 100 kV, je 0.035 Å in je tisti dejavnik, ki je zaslužen za izredno visoko ločljivost EM (do ~ 3 Å!) v primerjavi z OM (~ 1 μ), kljub znatno večji sferični in kromatični aberaciji elektromagnetnih leč. Pri transmissijskem EM gre večina elektronov skozi vzorec, ki mora biti seveda primerno tanek — nekaj 100 do 1000 Å za elektrone z valovno dolžino 0.035 Å — del elektronov se absorbira in del sipa elastično ali neelastično. Elastično sipani elektroni nosijo podatke o morfologiji in kristaliničnosti vzorca ter o defektihi v kristalni mreži vzorca, ki te elektrone sipa. Tudi neelastično sipani elektroni nosijo nekatere podatke, in sicer o elektronski strukturi atomov vzorca, vendar nas le-ta v danem primeru ne zanima. Neelastično sipani elektroni prispevajo le k »ozadju« TEM posnetka. Vsi elektroni, ki so šli skozi vzorec, se zbera v zadnji goriščni ravnini objektiva, kjer je nameščena tako imenovana kontrastna zaslonka, ki ima poseben pomen pri upodabljanju kristaliničnih metalurških vzorcev, ki

elektrone močno sipajo. S kontrastno zaslonko namreč lahko izberemo le določen del elektronov, prepuščenih v prvotni smeri ali sipanih v določeni smeri, tako da le-ti prispevajo k nastanku slike. V prvem primeru govorimo o sliki v svetlem polju (sl. 1a). Kontrast na taki sliki nastane zato, ker različna področja različno sipajo elektrone iz prvotne smeri (uklonski kontrast). V drugem primeru, ko k nastanku slike prispevajo le elektroni, sipani v določeni smeri zunaj smeri vpadnega žarka (sl. 1b), govorimo o sliki v temnem polju. Na taki sliki so svetli le tisti deli, ki sipajo elektrone v izbrani smeri, kar je izredno uporabno pri identifikaciji različno orientiranih področij, oz. faz, kot so zrna, dvojčki, oz. izločki. Tretji način upodabljanja je mikrodifrakcija. V tem primeru odstranimo kontrastno in namestimo selektivno zaslonko tja, kamor objektiv upodobi opazovano področje, ter upodobimo s pomočjo ostalih leč uklonsko sliko iz zadnje goriščne ravnine objektiva na zaslon (sl. 1c). Na ta način dobimo uklonsko sliko samo iz tistega področja, ki smo ga izbrali s selektivno zaslonko. S tem načinom upodabljanja dobimo podatke o kristaliničnosti vzorca, o relativni orientaciji opazovanega področja z ozirom na smer elektronskega snopa, o fazni sestavi opazovanega področja i. dr. Na sliki 1 je poleg shematičnega poteka žarkov pri vseh treh načinih upodabljanja — potek žarkov skozi naslednji dve povečevalni leči, ki jih običajno imenujemo vmesna leča in projektor zaradi trivialnosti ni prikazan — prikazan tudi primer vseh treh načinov upodobitve istega področja zlitine NiMn³. Na ta način je možno dobiti več podatkov z istega področja, kar močno olajša često dokaj zahtevno interpretacijo opazovanih pojavov.

PRIPRAVA VZORCEV

V obdobju uvajanja TEM pri raziskavah materialov in tudi pozneje so bile v številnih priročnikih in knjigah opisane razne, često dokaj komplicirane tehnike pripravljanja vzorcev za TEM raziskave. Mnoge so bile pozneje opuščene, druge izboljšane, pojavile so se nove. V novejšem času je mogoče kupiti celo vrsto odličnih aparatov (ISO-MET, TENUOL, aparatura za stanjševanje vzorcev z ionsko erozijo), ki so specializirane za posamezne faze pripravljanja vzorcev materialov, so pa precej drage in komplicirane. Mnogi laboratoriji raje uporabljajo enostavnejše naprave, ki jih je mogoče z manjšimi prilagoditvami uporabiti tudi za druge tehnike ali celo druge namene. V splošnem lahko rečemo, da pripravljanje vzorcev za TEM raziskave iz najrazličnejših materialov od kovin do keramike v principu ni večji problem.

Način priprave vzorcev iz kovinskih materialov je odvisen od vrste in namena raziskave. Tipično zaporedje faz v pripravljalnem postopku, med katerim ne sme priti do spremembe mikrostrukture, po dokončni toplotni ali mehanski obdelavi vzorca je naslednje:



Slika 1

Nastanek transmissijske slike v EM, a) slika v svetlem polju, b) slika v temnem polju, c) mikrodifrakcija. Primer: urejena področja v zlitini Ni_{1.05} Mn_{0.95}

Fig. 1

Formation of transmission electron micrograph a) bright field, b) dark field, c) selected area diffraction pattern. Example: ordered domains in Ni_{1.05} Mn_{0.95} alloy

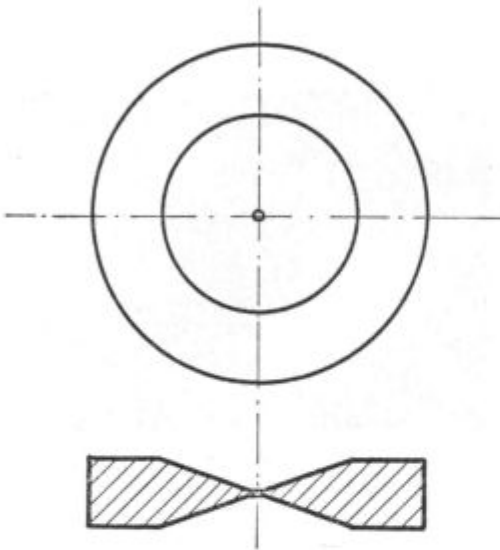
I) rezanje materiala na nekaj desetink milimetra debele ploščice z žično abrazivno žago

II) eventuelno rahlo mehansko brušenje obeh površin

III) izrezovanje okroglih ploščic s premerom približno 3 mm (premer utora na objektu nosilcu EM) z votlim abrazivnim svedrom

IV) elektropoliranje ploščice z obeh strani, dokler ne pride do perforacije v sredini ploščice.

Rezultat opisanega procesa je shematično prikazan na sl. 2. Običajno je področje vzorca v neposredni bližini luknjice prozorno za elektronsko svetlobo v EM.



Slika 2

Končna oblika vzorca za TEM raziskave

Fig. 2

Final shape of a specimen for TEM investigations

PRIMERI UPORABI TEM

Namen pričujočega poglavja je podati kratek pregled uporabe TEM pri študiju mikrostruktur, ki spremljajo plastično deformacijo, izločanje drugih faz, eutektoidne razpade, martenzitne preme-ne, prehod nered-red, magnetno urejanje, obsevanje materiala ter oksidacijo.

PLASTIČNA DEFORMACIJA Znano je, da proces plastične deformacije kristala, ki je izpostavljen strižni napetosti, poteka z usmerjenim zaporednim gibanjem dislokacij v določenih kristalografskih ravninah. V začetni stopnji procesa pride najprej do hitrega povečanja števila dislokacij, ki se nato z večanjem plastične deformacije še večja. Gibanje dislokacij je v začetni stopnji deformacije omejeno le na nekatere kristalografske ravnine, pozneje pa pride do drsenja tudi v drugih drsnih sistemih, kar povzroči močne medsebojne vplive med dislokacijami. Posledica tega

je nastanek posebnih dislokacijskih porazdelitev, ki so tipične za posamezne kristalne strukture, vrsto, oz. hitrost deformacije ter temperaturo, pri kateri je do deformacije prišlo⁴. Na sl. 3 so prikazane enakomerno porazdeljene ravne dislokacije v zrnju železa, ki je bilo deformirano 7 % pri -135°C . Na sliki 4 je prikazana dislokacijska struktura v jeklu z nizko vsebnostjo ogljika po utrujanju z nekaj tisoč cikli periodične obremenitve z amplitudo 22 kp/mm^{25} . Dislokacijski pasovi — gost preplet dislokacij z različnih drsnih sistemov — tvorijo tipično »celično« dislokacijsko strukturo. Na sl. 5 je vidna porazdelitev dislokacij v zlitini Fe-3.25 % Si, katere debelina je bila z valjanjem zreducirana za 20 %⁴. Razpoznavni so obrisi celične strukture. Na sl. 6 je prikazano področje vzorca, ki je bil deformiran na enak način kot v predhodnem primeru zatem pa segrevan 15 minut pri 500°C . V deformiranem kristalu je prišlo do rekristalizacije, t. j. do nastanka novih zrn, oz. podzrn, ki jih ločijo meje ($\sim 10^6$ razlike v orientaciji), oz. podmeje (nekaj deset minut razlike v orientaciji)⁴. Na sliki 7 so vidni trije konkurenčni drsni pasovi, ki jih je sprostila obremenitev na udar (425 kbar, 1–2 μs) v nerjavečem

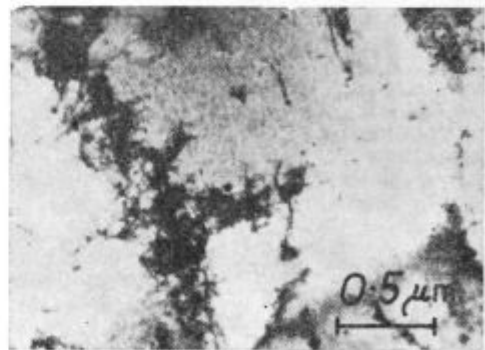


Slika 3

Dislokacije v Fe po 7 % deformaciji pri -135°C

Fig. 3

Dislocations in iron after 7 per cent strain at -135°C



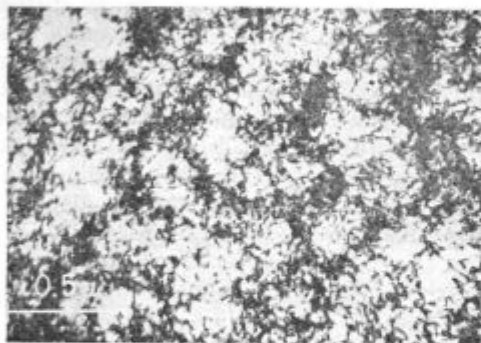
Slika 4

Dislokacijski pasovi v jeklu po utrujanju s periodično obremenitvijo⁵

Fig. 4

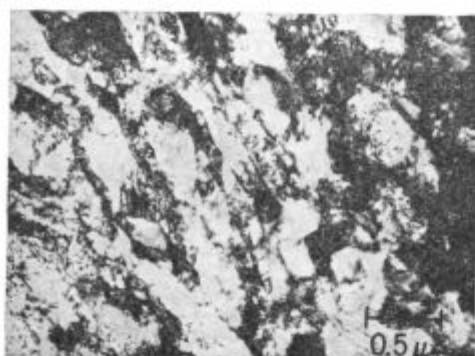
Dislocation band structure in steel after cyclic loading⁵

jeklu tipa 304⁶. Slika 8 kaže, kako je deformacijski dvojček v jeklu z 1 % C po obremenitvi na udar (200 kbar) skoraj prestrigel cementitne lamele⁷.



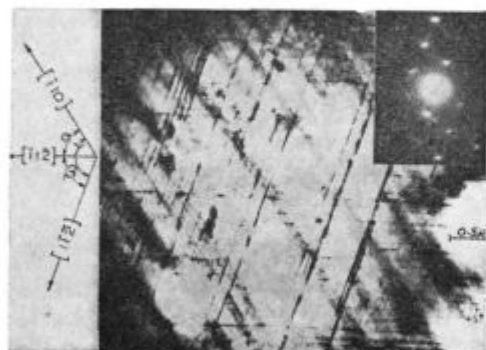
Slika 5
Porazdelitev dislokacij v zlitini Fe-3.25 Si po 20 % redukciji z valjanjem¹

Fig. 5
The distribution of dislocations in Fe-3.25 Si alloy rolled 20 per cent¹



Slika 6
Nastajanje podzrn v materialu, ki je bil valjan ter zatem segrevan 15 min pri 500° C¹

Fig. 6
Formation of subgrains in rolled material annealed 15 min at 500° C¹



Slika 7
Drčni pasovi v nerjavnem jeklu AISI 304 po obremenitvi na udar⁶

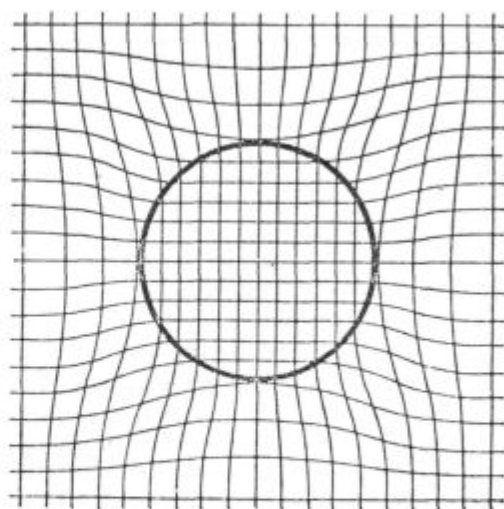
Fig. 7
Slip bands in AISI 304 stainless steel after shock-loading⁶

IZLOČANJE Pod izločanjem pojmujeemo proces izločanja drugih faz iz prenasitčenih trdnih raztopin, pri čemer ne pride do bistvene spremembe kemične sestave raztopine (matrike). Proces sestoji iz nukleacije in rasti izločka, kar pomeni, da lahko ločimo n. pr. v EM naslednje zaporedje: nastanek con → vmesni izločki → ravnotežni izločki. Cone in vmesni izločki so popolnoma, oz. delno koherentni z matriko, kar pomeni, da se kristalni mreži matrike in cone, oz. izločka skoraj ujemata (sl. 9), medtem ko so ravnotežni izločki nekoherentni. Omenjeno zaporedje je posledica težnje sistema k minimalni prosti energiji, h kateri prispevata površinska in deformacijska energija, vendar so ti prispevki v posameznih stadijih procesa rasti različni. Doprinos površinske energije je večji med nukleacijo; izločki so zato v začetnem sta-



Slika 8
Pojav deformacijskega dvojčka v perlitu po obremenitvi na udar⁷

Fig. 8
Deformation twin in pearlite as a consequence of shock-loading⁷



Slika 9
Zveza med kristalno mrežo matrike in koherentnega izločka

Fig. 9
Relation between crystal lattices of matrix and coherent precipitate

diju koherentni, t. j. imajo deformirano kristalno mrežo, ki je podobna kristalni mreži matrike in koherentne stične ploskve, ker je za to potrebno manj energije. Tudi pozneje, ko izloček postane nekoherenten, sistem slej ko prej stremi za največjim možnim zmanjšanjem površinske energije, s tem da tvori take orientacije med matriko in izločkom, da so na mejnih površinah razlike med medatomske razdaljami obeh kristalnih mrež čim manjše. Posledica tega je, da imajo izločki obliko ploščic⁸.

Omenjeno zaporedje v izločevalnem procesu se odraža v dveh stopnjah utrjevanja med staranjem. Tvorba koherentnih con povzroči povečanje trdote. Vmesni izločki pa so lahko koherentni, kar povzroči nadaljnje povečanje trdote, ali samo delno koherentni, kar lahko povzroči ali povečanje ali zmanjšanje trdote. Ravnotežni izločki, ki so običajno nekoherentni, povzročijo vedno omehčanje sistema.

Na sl. 10 so prikazani enakomerno porazdeljeni izločki (Ni_3Al) v avstenitnem jeklu s sestavo 25 % Ni - 15 % Cr - 0.8 % Al - 4 % Ti, ki je bilo žarjeno 1000 minut pri 860° C. Izločki, vidni v obliki dveh temnejših polkrogov, so koherentni z matriko⁹.

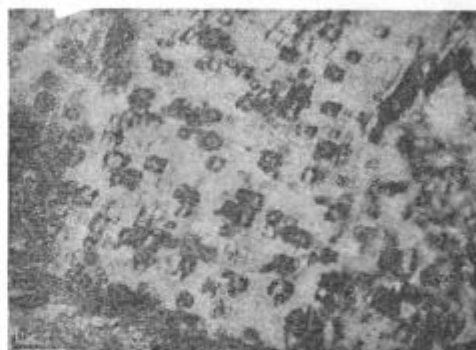
Na sl. 11 je prikazana začetna stopnja izločanja v Fe - 2.6 % N po žarjenju pri 250° C. Izločki Fe_4N imajo obliko slabo definiranih kock. Vidno je tudi preferenčno izločanje na mejah med zrnji¹⁰.

Slika 12 kaže začetno stopnjo izločanja karbida tipa M_{23}C_6 ob dislokacijah v avstenitu s sestavo 24 % Ni - 25 % Cr - 0.3 % Ti - 0.04 % C, ki je bil žarjen 3 ure pri 750° C¹¹.

Na sliki 13 so vidni ravnotežni izločki Al_2O_3 v ARMCO železu z 0.24 % Al. Vzorec je bil interno oksidiran na zraku pri 10^{-4} torr z 80-urnim segrevanjem pri 900° C¹².

Sliki 14a in 14b predstavljata TEM posnetka istega področja jekla s 5 % Mo in 0.3 % C v svetlem, oz. temnem polju. Vzorec je bil najprej kaljen s 1200° C in nato popuščan pri 300° C. Posnetek

v temnem polju je bil narejen s cementitnim refleksom, kar pomeni, da svetla področja na sliki predstavljajo cementit. Lepo je vidno preferenčno izločanje cementita ob martenzitski lameli¹³.

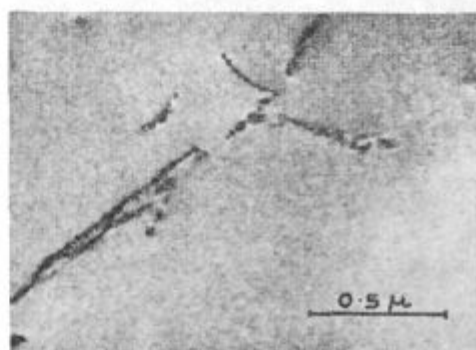


Slika 11

Začetna stopnja izločanja Fe_4N po žarjenju Fe-2.6 % N pri 250° C¹⁰

Fig. 11

The early stage of precipitation of Fe_4N after ageing at 250° C¹⁰

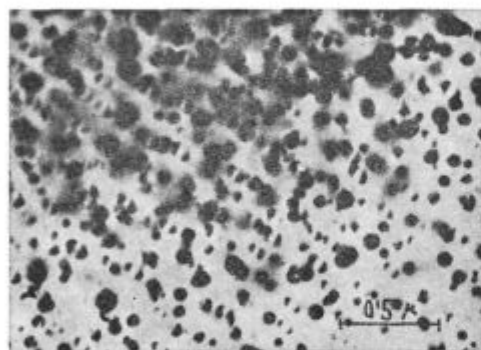


Slika 12

Preferenčno izločanje karbida vrste M_{23}C_6 ob dislokacijah v avstenitu po žarjenju pri 750° C¹¹

Fig. 12

Preferential precipitation of carbides of the type M_{23}C_6 along dislocations in austenite after ageing at 750° C¹¹

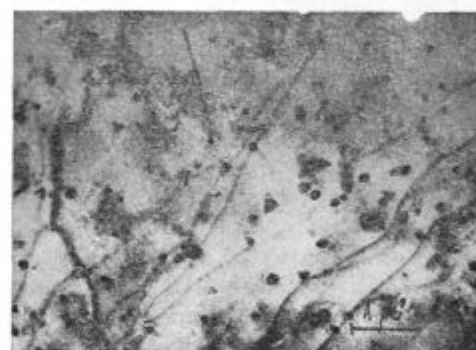


Slika 10

Koherentni izločki Ni_3Al v avstenitnem jeklu po žarjenju pri 860° C⁹

Fig. 10

Coherent precipitates of Ni_3Al in austenitic steel after ageing at 860° C⁹

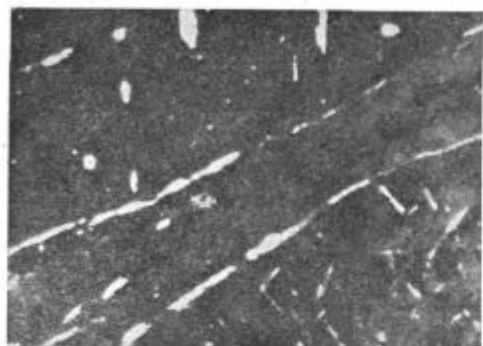


Slika 13

Ravnotežni izločki Al_2O_3 v ARMCO železu z 0.24 % Al po interni oksidaciji pri 900° C¹²

Fig. 13

Equilibrium precipitates of Al_2O_3 in ARMCO iron with 0.24 % Al after internal oxidation at 900° C¹²



Slika 14

Preferenčno izločanje cementita ob martenzitni lameli po popuščanju pri 300°C. a) slika v svetlem polju, b) slika v temnem polju, posneta s cementitnim refleksom¹¹

Fig. 14

Preferential precipitation of cementite at martensite lath after tempering at 300°C a) bright field, b) dark field taken with cementite reflection¹¹

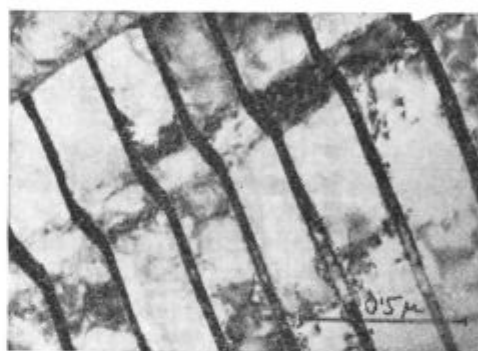
EVTEKTOIDNI RAZPAD IN MARTENZITNA PREMENA Pri evtektoidnem razpadu izhodna faza med hlajenjem razpade v dve novi fazi. Strukturi in sestavi novih faz se razlikujeta od strukture in sestave izhodne faze, kar pomeni, da proces ne more potekati brez difuzije.

Nedvomno najbolj znan zaradi izrednega tehnološkega pomena je evtektoidni razpad v sistemu Fe-Fe₃C, kjer ploskovno centrirani kubični avstenit med ohlajanjem razpade v perlit, t. j. v prostorsko centrirani kubični ferit (α -Fe) in ortorombski cementit (Fe₃C). Evtektoidnega razpada ni mogoče obiti s hitrim ohlajanjem sistema, kot je to običajno mogoče pri izločevalnih procesih. V prvem primeru postane namreč visokotemperaturna faza prej nestabilna z ozirom na evtektoidni razkroj kot pa prenasočena z ogljikom. Med hitrim ohlajanjem pride zato do tvorbe metastabilne faze, imenovane martenzit, ki je prenasočena trdna raztopina ogljika v feritu. Martenzitni prehod povzroči karakteristično spremembo oblike kristala, kar je obenem tudi edini pojav, po katerem je mogoče martenzitni prehod identificirati. Do prehoda pride s koordiniranim gibanjem atomov vzdolž stične ploskve med obema fazama. Pri čistem martenzitnem prehodu so premiki atomov manjši, kot je

dolžina difuzijskega skoka v kristalni mreži. Martenzitni prehodi v jeklih in ostalih železovih zlitinah so precej kompleksni in še vedno predmet številnih raziskav. Volumski obseg premene in mikrostrukturne karakteristike so močno odvisne od količine ogljika, oz. od sestave zlitin. Na osnovi mikrostrukturnih karakteristik so bile narejene mnoge fenomenološke in druge teorije martenzitnih premen, vendar doslej še nobena ni zadovoljivo pojasnila kompleksne narave tega pojava¹⁴.

Na sliki 15 so prikazane cementitne lamele v jeklu z 0.99 % C. Množica dislokacij ob lamelah je nastala zaradi deformacije materiala⁷. Slika 16 kaže intragranularni evtektoidni razpad v jeklu z 0.39 % C, do katerega je prišlo med segrevanjem pri 300°C. Temne proge predstavljajo cementit¹⁵.

Na sliki 17 je prikazana tipična mikrostruktura takoimenovanega masivnega martenzita v zlitini Fe-0.2 % C. Martenzit tvori množica igel, ležečih v smeri [110] avstenitne strukture. Stične ravnine med posameznimi iglami so približno vzporedne avstenitnim ravninam {111}¹⁶.



Slika 15

Perlitna struktura v jeklu z 0.99 C, ohlajenem na zraku po enournem segrevanju na 850°C⁷

Fig. 15

Pearlitic structure in 0.99 C steel austenitized 1 h at 850°C and air cooled⁷

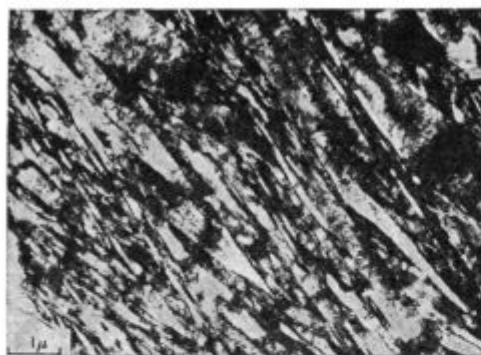


Slika 16

Intragranularno izločanje cementita v jeklu z 0.39 C med segrevanjem pri 300°C¹⁵

Fig. 16

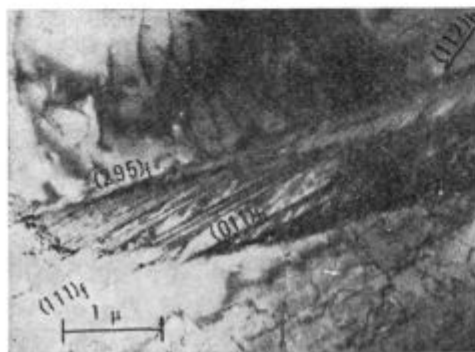
Intragranular precipitation of cementite in 0.39 C steel during ageing at 300°C¹⁵



Slika 17

Mikrostruktura masivnega martenzita v zlitini Fe-0.2 % C¹⁶

Fig. 17

Microstructure of massive martensite in Fe-0.2 pct C alloy¹⁶

Slika 18

Dvojčki v lameli tetragonalnega martenzita v zlitini Fe-1.8 % C¹⁷

Fig. 18

Twins in a lath of tetragonal martensite in Fe — 1.8 pct C alloy¹⁷

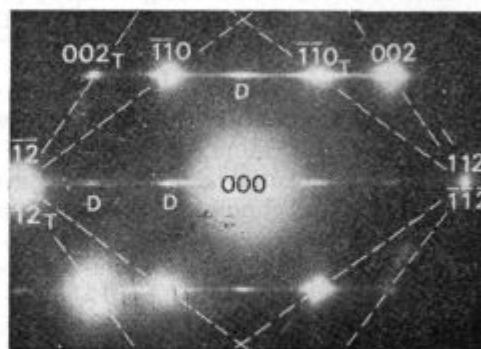
Slika 18 kaže lamelo tetragonalnega martenzita v zlitini Fe-1.8 % C. V lameli so vidni akomodacijski dvojčki z ravninami dvojčenja (011) v prostorsko centrirani tetragonalni strukturi. Lepo je vidna tudi stična ravnina (habit plane) med martenzitno lamelo in izhodno fazo. Stična ravnina je vzporedna kristalografskim ravninam, tipa (295) ploskovno centrirane kubične strukture, kar je tipično za zlitine z omenjeno sestavo¹⁷.

Na sliki 19a so prikazani dvojčki v martenzitni lameli zlitine kovar (Fe-27.5 % Ni-17.5 % Co). Ravnine dvojčenja (112) so vzporedne smeri elektronskega snopa v EM, kar je posebno ugodno za določitev ravnine dvojčenja. Selektivni uklon elektronov na zdvojenem področju da v tem primeru enostavno superpozicijo uklonskih slik iz obeh delov dvojčka. Na sliki 19b, ki predstavlja elektronski uklon na martenzitni lameli (sl. 19a) so refleksi, ki pripadajo enemu delu dvojčka, označeni z indeksom T¹⁷.

PREHOD NERED-RED Prehod nered-red ima največji vpliv na mehanske lastnosti takrat, kadar ima urejena struktura nižjo simetrijo kot neurejena, n. pr. neurejena struktura je kubična, urejena pa tetragonalna. V takem primeru ureje-

no strukturo tvorijo področja (sl. 1), ki imajo tetragonalne osi izmenoma v smeri prvotnih treh kubičnih osi¹. Posamezna področja so znatno deformirana, kar povzroči povečanje trdote. Od stopnje urejenosti, oz. velikosti urejenih področij pa so znatno bolj kot mehanske lastnosti odvisne toplotne, električne in magnetne lastnosti materiala. Vrsta in stopnja urejenosti npr. vplivata na magnetno trdoto materiala, ker majhna urejena področja v sicer neurejeni okolici povzročijo deformacije, ki vplivajo na gibljivost mej med magnetnimi domenami. Na sl. 20 so prikazana področja z nasprotno fazo ureditve (antifazne domene) v zlitini Fe-11.8 at. % Si, ki je bila kaljena s 1200° C. Slika predstavlja posnetek v temnem polju z refleksom [200]¹⁸.

MAGNETNA STRUKTURA Proučevanje magnetnih lastnosti materialov usmerja predvsem uporaba magnetno mehkih materialov za transformatorska jedra in magnetno trdih materialov za trajne magnete. Sestava materiala, vrsta, velikost in porazdelitev vključkov ter velikost in orientacija zrn so osnovni dejavniki, ki vplivajo na magnetno strukturo materialov. Na sliki 21 so prikazana področja z različno orientacijo magnetnega polja, oz. meje (bele, oz. črne ravne črte) med temi področji v ARMCO železu. Smer magnetnega polja v posa-

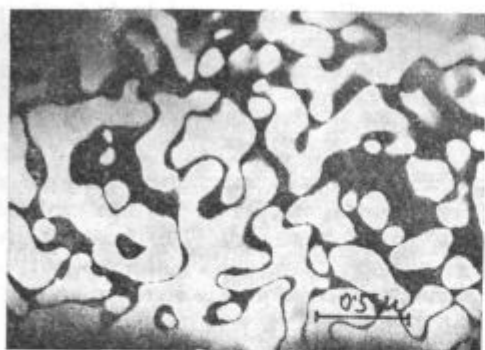


Slika 19

a) Dvojčki v martenzitni lameli zlitine kovar. Ravnine dvojčenja so vzporedne elektronskemu snopu v EM, b) mikrodifrakcija iz področja, ki vsebuje dvojčke¹⁷

Fig. 19

a) Twins in martensitic lath of covar. Twinning planes are parallel to the electron beam in EM. b) Selected area diffraction pattern from the region containing twins¹⁷

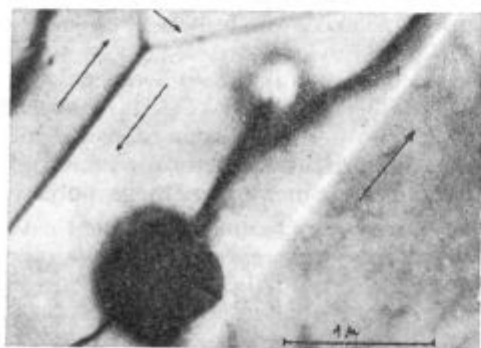


Slika 20

Antifazne domene v zlitini Fe-11.8 at. % Si. Posnetek v temnem polju z refleksom $[200]^{18}$

Fig. 20

Antiphase domains in Fe — 11.8 at. % Si. Dark field image taken with 200 reflection¹⁸



Slika 21

Magnetne domene v železu ARMCO¹⁹

Fig. 21

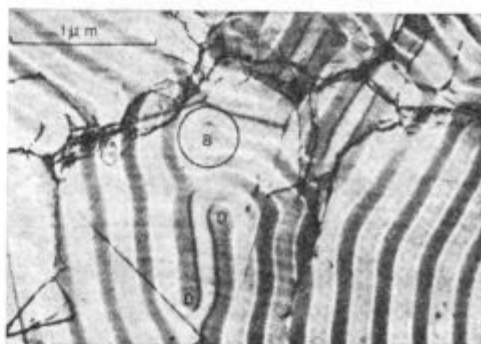
Magnetic domains in ARMCO iron¹⁹

meznih področjih je označena s puščicami. Slika je bila posneta ob pre-fokusirani (overfocused) objektivni leči¹⁹. Na sliki 22 je prikazana razporeditev različno orientiranih magnetnih področij v kobaltovi kristalni foliji, ki je bila posneta ob decentrirani kontrastni zaslonki²⁰.

RADIACIJSKE POŠKODBE Obsevanje z elektromagnetnim žarkovjem (γ, x) ali z energetskimi delci, kot so žarki α , protoni, nevtroni itd., je relativno nov način vplivanja na mikrostrukturo, oz. lastnosti materialov. Tehnološko je pomembno obsevanje v reaktorju z nevtroni, ki so izredno prodorni in povzročajo v materialu homogeno porazdeljene defekte. Ti defekti so lahko zelo različni, od najpreprostejših, kot so intersticijski atomi ali vrzeli v kristalni mreži, do dokaj kompleksnih, kot so dislokacijske zanke, skupki defektov ali celo cepitveni produkti, ki močno vplivajo na fizikalne in mehanske lastnosti materialov. Med obsevanjem se zlasti močno spremenijo tiste lastnosti, ki so v zvezi z gibanjem dislokacij, n. pr. Youngov modul, notranje trenje, meja plastičnosti, trdota, žilavost⁸. Na sl. 23 so prikazani strukturni defekti,

ki so nastali v zrnju nerjavnega jekla AISI 304 (Fe - 19.4 % Cr - 9.7 % Ni - 0.88 % Mn - 0.18 % Mo - 0.05 % C) po obsevanju z $0.4 \cdot 10^{22}$ nevtroni/cm² na temperaturi 540° C. Na sliki so vidne pore (svetle pege) pravilno oblikovanih oblik in dislokacijske zanke v ravninah $\{111\}$ s premerom okrog 400 Å. Nekatere izmed teh zank leže v ravnini, ki je vzporedna smeri elektronskega snopa, in so vidne kot dislokacijske črte²¹.

OKSIDACIJA Oksidacija kovin, oz. zlitin je v bistvu korozijski proces, ki ga povzroči kemični, oz. elektrokemični vpliv okolice na površino kovine, oz. zlitine. Posledica oksidacije je nastanek bolj ali manj enakomerno debele oksidne plasti ali pojav lokalne oksidne tvorbe. V prvem primeru so pomembni podatki o sestavi, mikrostrukturi in kompaktnosti oksidne plasti, v drugem primeru pa je pomemben vzrok preferenčne oksidacije, kot n. pr. dislokacije, meja med zrnji, izločki itd. Na sliki 24 je prikazana tanka oksidna plast, ki je bila odvzeta s površine nerjavnega jekla AISI 304 po 75-urnem segrevanju vzorca na zraku pri 150° C. Prikazan je tudi del folije pri večji povečavi in

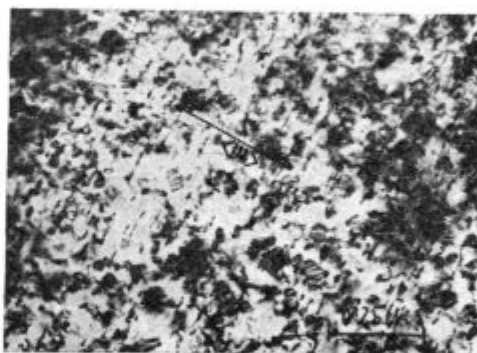


Slika 22

Magnetna struktura v kristalni foliji kobalta²⁰

Fig. 22

Magnetic structure in single crystal of cobalt²⁰

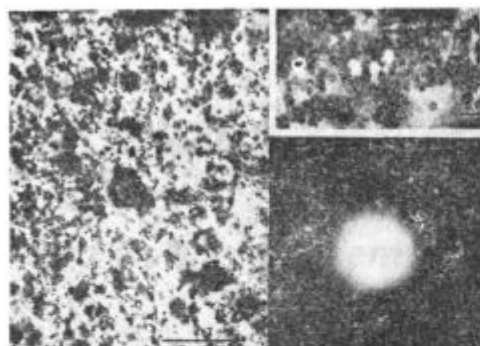


Slika 23

Defekti v zrnju nerjavnega jekla AISI 304 po obsevanju z nevtroni v reaktorju pri 540° C²¹

Fig. 23

Defects in a grain of AISI 304 stainless steel after irradiation with neutrons in reactor at 540° C²¹

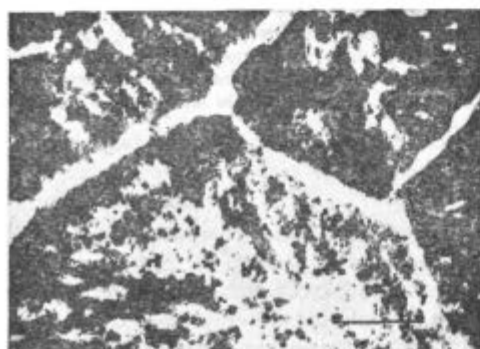


Slika 24

a) Oksidna plast odvezeta s površine nerjavnega jekla AISI 304, ki je bilo oksidirano na zraku pri 150°C, b) ustrezna mikrodifrakcija²¹

Fig. 24

a) Oxide film detached from the surface of AISI 304 stainless steel oxidized at 150°C in air, b) corresponding diffraction pattern²¹



Slika 25

Tanka folija nerjavnega jekla AISI 304, ki je bila oksidirana pri 700°C na zraku pri tlaku 10^{-3} torra. Na mejah med zrnji je prišlo do preferenčne oksidacije²²

Fig. 25

Thin foil of AISI 304 stainless steel oxidized at 700°C in air at 10^{-3} torr. Notice the enhanced oxidation at the grain boundaries²²

uklonska slika s tega področja, s katere je bilo mogoče ugotoviti, da oksidno plast tvori Fe_3O_4 ²². Slika 25 je posnetek elektropolarne folije nerjavnega jekla AISI 304, ki je bila oksidirana 3 minute pri 700°C na zraku pri tlaku 10^{-3} tora. Folija je znatno bolj prozorna na mejah med zrnji, kar pomeni, da je tam prišlo do preferenčne oksidacije²².

Literatura

- HEIDENREICH, R. D. Electron Microscopy and Diffraction Studies of Metal Crystal Textures by Means of Thin Sections, *Journal of Applied Physics* New York, **20** (1949), stran 993–1010
- VALDRE, U. Electron Microscopy in Material Science, New York, London, Academic Press 1971
- KRAŠEVEC, V. Electron Microscopic Observation of Microstructure in $\text{Ni}_{1.05}\text{Mn}_{0.95}$ physica status solidi lidi (a), (BERLIN), **29** (1975), stran 563–569
- HULL, D. Introduction to Dislocations, Oxford, London, Edinburgh, New York, Paris, Frankfurt, Pergamon Press 1965
- KLESNÍL, M., HOLZMANN, M., LUKAS, P., RYS, P., Some Aspects of the Fatigue Process in Low-Carbon Steel, *Journal of the Iron and Steel Institute* (London), **203** (1965) stran 47–53
- MURR, L. E. Calibration and Use of an Electron Microscope for Precision Micromasurements in Thin Film Materials, *physica status solidi* (Berlin) **19** (1976), stran 7–34
- BOWDEN, H. G., KELLY, P. M., Deformation Twinning in Shock-Loaded Pearlite, *Acta Metallurgica* (New York) **15** (1967), stran 105–111
- SMALMAN, R. E., Modern Physical Metallurgy, 3rd edition, London, Butterworths 1970
- WILSON, F. G., Zone Formation in an Austenitic Steel Containing Aluminium and Titanium, The mechanism of Phase Transformations in Crystalline Solids, Proceedings of an Int. Symp. organized by the Institute of Metals and held in the University of Manchester from 3 to 5 July 1968, Monograph and Report Series No 33, Published by the Institute of Metals, London 1969, stran 16–21
- BELL, T., FARNELL, B. C., The Isothermal Decomposition of Nitrogen Austenite to Bainite, *Citat 9*, stran 282–287
- SINGHAL, L. K., MARTON, J. W., The Growth of M_{23}C_6 Carbide on Incoherent Twin Boundaries in Austenite, *Acta Metallurgica* (New York) **15** (1967), stran 1603–1610
- KRAŠEVEC, V., Interna oksidacija feritnih jekel, Poročilo Instituta J. Stefan, pogodba z Zvezno komisijo za nuklearno energijo 1967
- GOOLSBY, R. D., WOOD, W. E., PARKER, E. R., ZACKAY, W. F., Effect of Lath Boundary Precipitation on Fracture Toughness of Martensite, Electron Microscopy and Structure of Materials, Proceedings of 5th Int. Materials Symposium held at the University of California, Berkeley Sept. 13–17, 1971, Edited by Thomas G., Berkeley, Los Angeles, London, University of California Press 1972, stran 798–807
- CHRISTIAN, J. W., The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Oxford, London, Edinburgh, New York, Paris, Frankfurt, Pergamon Press 1965
- SPEICH, G. R., LESLIE, W. C., Tempering of Steel, *Metallurgical Transactions*, (New York) **3** (1972), stran 1043–1054
- APPLE, C. A., CARON, R. N., KRAUSS, G., Packet Microstructure in Fe-0.2 pct C Martensite, *Metallurgical Transactions* (New York) **5** (1974), stran 593–599
- SHIMIZU, K., NISHIYAMA, Z., Electron Microscopic Studies of Martensitic Transformations in Iron Alloys and Steels, *Metallurgical Transaction* (New York) **3** (1972), stran 1055–1068
- WARLIMONT, H., Elektronenmikroskopische Untersuchung der Gleichgewichte und Umwandlungen der α -Eisen-Silizium-Phasen, *Zeitschrift für Metallkunde* (Stuttgart) **59** (1968), stran 595–602
- KRAŠEVEC, V., Neobjavljeno delo
- GRUNDY, P. J., TEBBLE, R. S., Lorentz Electron Microscopy, *Advances in Physics* (London) **17** (1968), stran 153–242
- HOLMESS, J. J., ROBBINS, R. E., BRIMHALL, J. L., MASTEL, B., Elevated Temperature Irradiation Hardening in Austenitic Stainless Steel, *Acta Metallurgica* (New York) **16** (1968), stran 955–967
- VAN LANDUYT, J., Oxide Films Formed on AISI 304 Stainless Steel, Quarterly Report No. 15, C.E.N.-S.C.K. (Mol, Belgium), R 2397 (1966)

ZUSAMMENFASSUNG

Eine kurze Übersicht über die Entwicklung der TEM, der neuesten Leistungsmöglichkeiten, welche von dieser Methode auf dem Gebiete der Materialuntersuchungen geboten werden, ist gegeben. Neben den Grundprinzipien der Wirkung des Elektronenmikroskopes und der Art der Probenvorbereitung, sind auch viele praktische Beispiele angegeben, welche die Anwendbarkeit der TEM bei dem

Studium verschiedener Prozesse, wie plastische Verformung, Ausscheidungen, eutektoider Zerfall, Martensitumwandlung, Übergang von Unordnung-Ordnung, magnetische Einordnung, die Erholung der Beschädigungen, welche die Folge der Bestrahlung mit Energieteilchen sind und Oxidation darstellen.

SUMMARY

A short review of the development of TEM, of the latest achievement and possibilities which this method yields in materials science are described in the paper. Beside the basic principles of operation of an electron microscope, and the way of preparation of specimens, numerous

practical examples demonstrating the applicability of TEM in studying processes as plastic deformation, precipitation, eutectoidal decomposition, martensitic transformation, order-disorder transition, magnetic ordering, radiation damage recovery, and oxidation are cited.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведен короткий обзор развития ТЭМ и самых новых достижений и возможностей, которые дает этот метод в области исследования материалов. Кроме основных принципов действия электронного микроскопа и способа приготовления образцов, приведены также многочисленные примеры, которые указывают на

применение ТЭМ при изучении процессов к, нпр.: пластическая деформация, выделение, эвтектические распады, мартенситное превращение, неупорядочность-упорядочность кристаллической решетки, восстановление повреждений которые получаются вследствие облучения с энергетическими частицами и окисление.