



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-59-62>  
УДК 669.017:620.1; 669.017:620.1.05

Поступила 03.04.2020  
Received 03.04.2020

## ОСОБЕННОСТИ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО ПРЕПАРИРОВАНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА ТОНКИХ СЛОЕВ И ПОКРЫТИЙ

А. Г. АНИСОВИЧ, ГНУ «Физико-технический институт НАН Беларуси», г. Минск, Беларусь,  
ул. Купревича, 10. E-mail: [anna-anisovich@yandex.ru](mailto:anna-anisovich@yandex.ru).

*В статье рассматриваются вопросы определения толщины слоев и покрытий различного назначения при металлографическом исследовании. Продемонстрирована роль материала для заливки металлографических шлифов в определении толщины слоя. Показано, что при заливке образца пластическими массами ошибка в определении толщины слоя может составлять 0,2–0,4 мкм, что существенно для тонких слоев. Рассматриваются варианты пробоподготовки для определения толщины слоев нитрида титана толщиной 1 мкм и менее. Показано, что при оптимальном способе подготовки образца возможно визуализировать слой толщиной менее 1 мкм, а также определить его толщину в программе обработки изображений.*

**Ключевые слова.** Металлографическая пробоподготовка, тонкие слои, покрытия, нитрид титана.

**Для цитирования.** Анисович, А. Г. Особенности металлографического препарирования для анализа тонких слоев и покрытий / А. Г. Анисович // Литье и металлургия. 2020. № 2. С. 59–62. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-59-62>.

## PARTICULARITIES OF METALLOGRAPHIC PREPARATION FOR THE ANALYSIS OF THIN LAYERS AND COATINGS

A. G. ANISOVICH, State Scientific Institution «Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus», 10, Kuprevich Str., Minsk, Belarus. E-mail: [anna-anisovich@yandex.ru](mailto:anna-anisovich@yandex.ru).

*The article deals with the issues of determining the thickness of layers and coatings for various purposes in metallographic research. The role of the material for filling metallographic sections in determining the layer thickness is demonstrated. It is shown that when filling the sample with plastic masses, the error in determining the layer thickness can be 0.2...0.4 microns, which is significant for thin layers. Sample preparation options for determining the thickness of titanium nitride layers with a thickness of 1 microns or less are considered. It is shown that with the optimal method of sample preparation, it is possible to visualize a layer less than 1 microns thick, and also determine its thickness in the image processing program.*

**Keywords.** Metallographic sample preparation, thin layers, coatings, titanium nitride.

**For citation.** Anisovich A. G. Particularities of metallographic preparation for the analysis of thin layers and coatings. Foundry production and metallurgy, 2020, no. 2, pp. 59–62. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-59-62>.

В металлографии наиболее важным результатом фотографирования является информативность изображения, т. е. получение максимального количества деталей структуры материала для последующего анализа. Нечеткое изображение появляется или в результате неправильной установки образца, или в случае исходно неровной исследуемой поверхности [1].

При нанесении и анализе тонких слоев один из основных вопросов – определение толщины полученного слоя. В металлографическом анализе наилучшим решением является формирование поперечного шлифа и измерение толщины слоя непосредственно на изображении. При этом главное – это создание качественного шлифа, в особенности в зоне слоя, не содержащей дефектов препарирования, основным из которых в данном случае является «завал» кромки. Он представляет собой скругление кромки образца (рис. 1) за счет преимущественной выполировки краевой зоны.

При формировании достаточно толстых слоев, например, гальванических покрытий, различного рода наплавов и т. д., вопрос не представляет сложности. Толщина покрытия составляет 10–30 мкм

и более и краевые эффекты не играют существенной роли (рис. 2). Ошибка определения толщины слоя невелика даже при существенном завале. При толщине слоя 10 мкм и менее возникают некоторые проблемы, в особенности при неправильной подготовке образца.

Как правило, формирование поперечного шлифа для исследования краевых зон образца предполагает помещение образца в металлическую оправку и заливку свободного пространства пластмассами либо сплавом Вуда. При этом увеличивается площадь поверхности полируемого участка и завал кромки минимален. Выбор материала для заливки в случае тонких слоев имеет существенное значение.

Цель статьи – продемонстрировать особенности подготовки металлографических шлифов для исследования тонких покрытий различного назначения.

На рис. 3 представлены фотографии поперечного шлифа кровельного самореза в зоне резьбы. Изделие должно иметь антикоррозионное цинковое покрытие не тоньше 12 мкм. Как в случае заливки пластмассой, так и сплавом Вуда, слой цинка удается визуализировать. При заливке пластмассой (рис. 3, *а*) имеет место завал края образца за счет того, что пластмасса выполировывается быстрее металлического образца. При этом в зоне «завала» находится как сам пластмассовый слой, так и край слоя цинка, прилегающий к пластмассе. При такой заливке образца толщина слоя цинка оценена как 8–10 мкм. При заливке сплавом Вуда (рис. 3, *б*) эффект «завала» незначителен. Толщина слоя составляет 12 мкм. Этот образец был выплавлен из сплава Вуда перед металлографическим травлением. Таким образом, неточность определения толщины слоя за счет «завала» кромки может составлять 2–4 мкм.

В принципе заливка образца пластмассой не доставляет существенных проблем для анализа в том случае, если для исследования требуется получить структуру в центральных участках образца (т.е. когда изображение кромки образца не существенно). Примеры показаны на рис. 4 на шлифах гранул алюминиевого сплава с заливкой пластмассой. Поверхности гранул на рис. 4, *а* не находятся полностью в фокусе. По-видимому, гранулы повернулись уже на последних этапах изготовления шлифа (за счет перегрева при полировке, плохого сцепления с пластмассой или же иных причин). Но, как правило, отдельных частиц в таком образце достаточно и нечеткое изображение некоторых гранул не играет решающей роли. При более удачном расположении частиц вся поверхность доступна для анализа (рис. 4, *б*) за исключением кромок, на которых присутствует «завал» (стрелка).

При анализе более тонких слоев (см. рис. 3) обычная заливка образца сплавом Вуда уже неприемлема. Вероятно, разница в стойкости к истиранию сплава Вуда и покрытия нитрида титана велика, а толщина слоя покрытия сравнима с величиной «завала». В наиболее благоприятном случае на поперечном шлифе видны полоска покрытия (рис. 5, *а*) или отслоившиеся фрагменты на изломе (рис. 5, *б*). Следует принимать во внимание и то, что фотографии на рис. 5 получены при использовании темнопольного освещения [2]; при этом на изображении присутствуют блики за счет отражения от участков, расположенных на разной высоте. Это затрудняет анализ изображения. Темное поле создается за счет отражения от неплоскостных участков поверхности, поэтому получить полностью адекватное изображение в данном случае вряд ли возможно.

На рис. 6 приведен исключительный случай, когда толщина покрытия составляет порядка 4 мкм и его удалось визуализировать как в светлом, так и темном поле.

Для покрытий толщиной 1–2 мкм и менее толщина находится на пределе чувствительности металлографического оборудования. На рис. 7 показаны покрытия нитрида титана для трех режимов нанесения; для выявления слоя два образца сложены «сэндвичем» так, чтобы покрытие оказалось в середине образца. Толщина покрытия на рис. 7, *а, б* составляет порядка 1,5–2,0 мкм, на рис. 7, *в* – менее 1 мкм, но покрытие вполне различимо визуально и поддается количественному определению в программе обработки изображений [3].

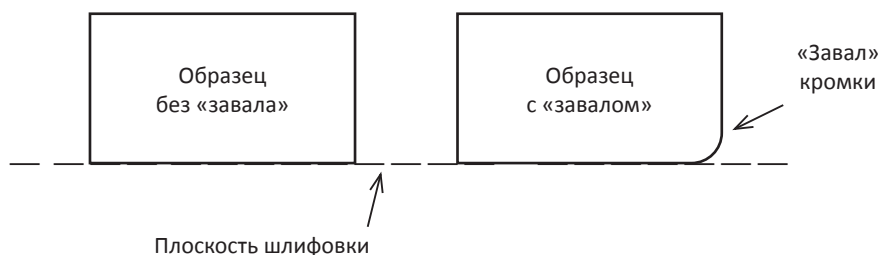


Рис. 1. Схема формирования «завала» кромки образца

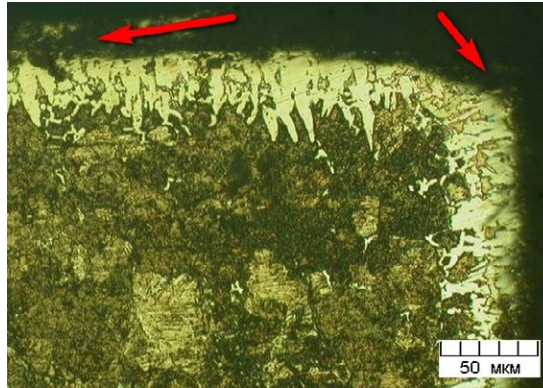
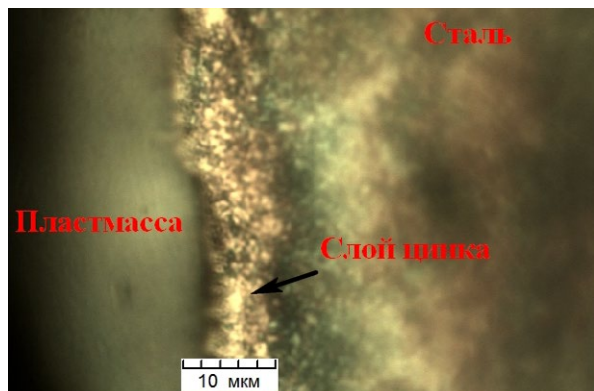
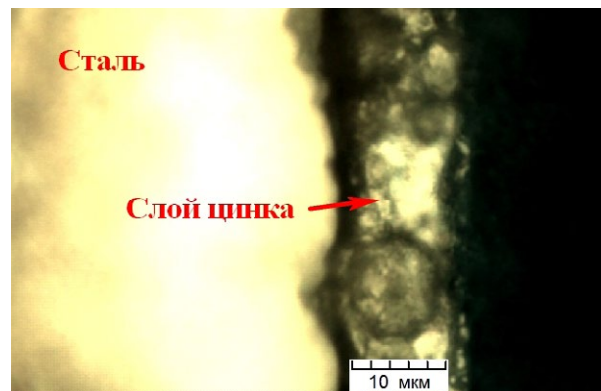


Рис. 2. Упрочненный слой B-Si на стали 45; стрелками показана зона «завала»

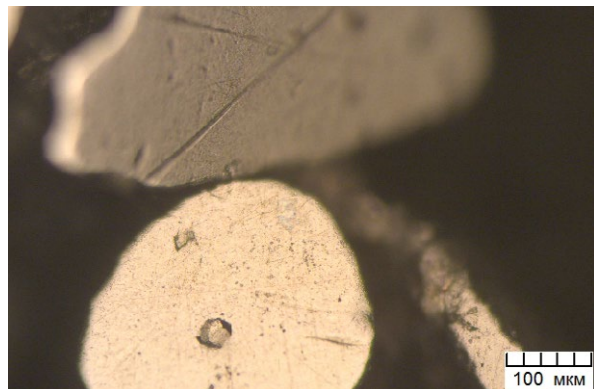


*a*

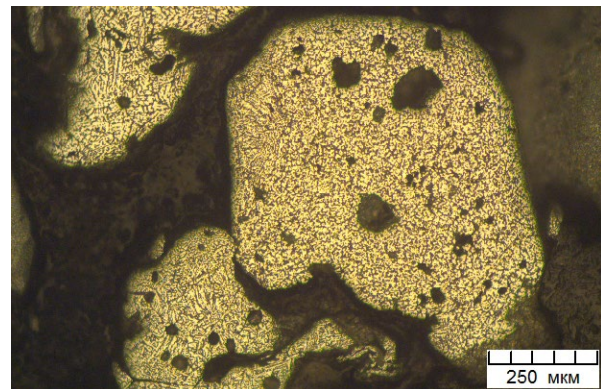


*б*

Рис. 3. Кровельный саморез, поперечный шлиф: *a* – заливка пластмассой; *б* – заливка сплавом Вуда

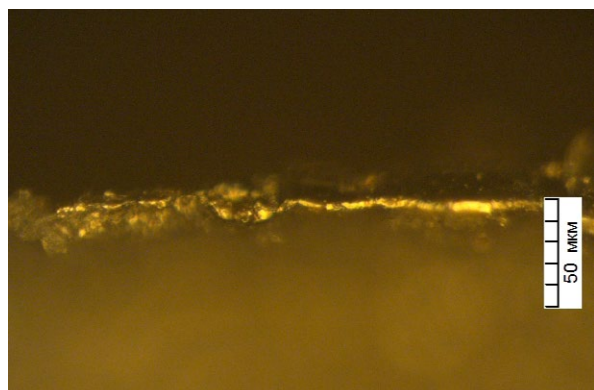


*a*

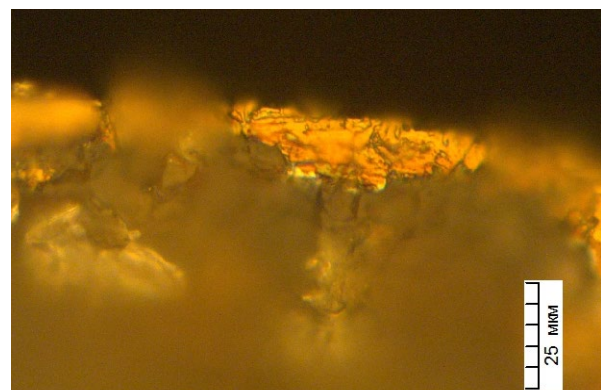


*б*

Рис. 4. Образцы гранулированного материала: *a* – без травления; *б* – после травления

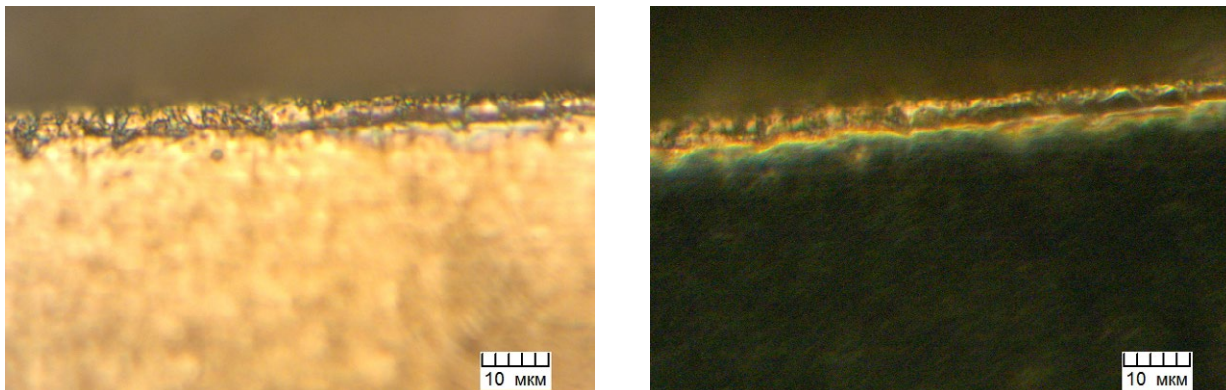


*a*

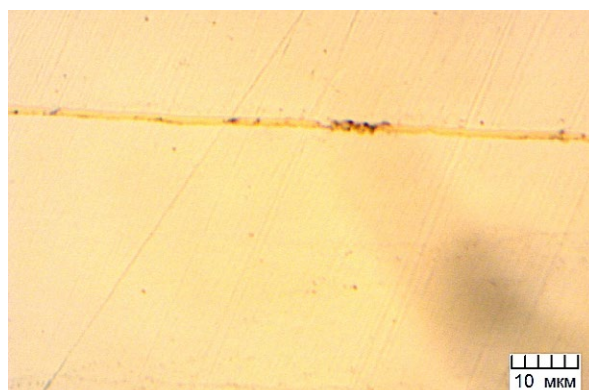


*б*

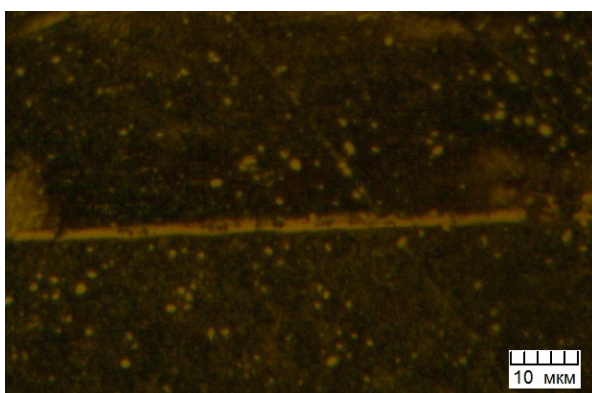
Рис. 5. Изображения фрагментов слоя Ti-N на стали: *a* – после отрезки; *б* – в зоне излома



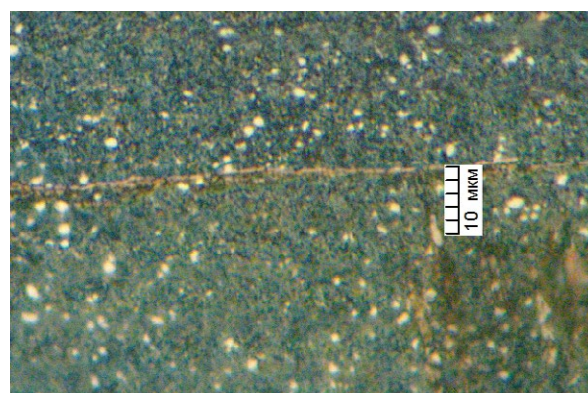
*a* *б*  
Рис. 6. Слой нитрида титана: *a* – светлое поле; *б* – темное поле



*a*



*б*



*в*

Рис. 7. Покрытие нитрида титана:  
*a* – нетравленный образец; *б, в* – после травления в темном и светлом поле соответственно

### ЛИТЕРАТУРА

1. **Анисович, А. Г.** Резкость изображений в металлографии / А. Г. Анисович // *Литье и металлургия*. 2018. № 3. С. 76–81.
2. **Анисович, А. Г.** Искусство металлографии: использование методов оптического контрастирования / А. Г. Анисович // *Весті НАН Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук*. 2016. № 1. С. 36–42.
3. **Анисович, А. Г.** Измерение вертикального рельефа на металлографических микроскопах производства ОАО «Опто-электронные системы» / А. Г. Анисович, А. С. Буйницкая // *Литье и металлургия*. 2019. № 2. С. 117–121.

### REFERENCES

1. **Anisovich A. G.** Rezkost' izobrazhenij v metallografii [The sharpness of the images in metallography]. *Lit'e i metallurgija = Foundry production and metallurgy*, 2018, no. 3, pp. 76-81.
2. **Anisovich A. G.** Iskusstvo metallografii: ispol'zovanie metodov opticheskogo kontrastirovaniya [Art of metallography: application of optical staining methods]. *Vesti NAN Belarusi. Ser. fiz.-tjehn.navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus, Physical-Technical Series*. 2016, no.1, pp. 36-42.
3. **Anisovich A. G., Buinitskaya A. S.** Izmerenie vertikal'nogo rel'efa na metallograficheskikh mikroskopah proizvodstva OAO «Optoelektronnye sistemy» [The measurement of the vertical relief on metal-graphic microscopes of production of OJC «Optoelectronic systems»]. *Lit'e i metallurgija = Foundry production and metallurgy*, 2019, no. 2., pp. 117-121.