



УКРАЇНА

(19) UA (11) 51613 (13) U
(51) МПК (2009)
G01N 15/08

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ПОРИСТОСТІ ПОВЕРХНЕВИХ ШАРІВ ТВЕРДИХ ТІЛ

1

2

(21) u201000284

(22) 14.01.2010

(24) 26.07.2010

(46) 26.07.2010, Бюл.№ 14, 2010 р.

(72) ТИХОНЕНКО ВІРА ВІКТОРІВНА, ШКІЛЬКО
АНАТОЛІЙ МАКСИМОВИЧ, КОМПАНІЄЦЬ ІГОР
ВАЛЕРІЙОВИЧ

(73) УКРАЇНСЬКА ІНЖЕНЕРНО-ПЕДАГОГІЧНА
АКАДЕМІЯ

(57) Спосіб визначення пористості твердих тіл, що
полягає у збудженні зразка, проведенні фотостимуляції і термостимуляції та реєстрації густини струму екзоелектронної емісії як вторинного ви-

промінювання, який **відрізняється** тим, що поверхню еталона і зразка бомбардують пучком електронів низьких або середніх енергій (50 еВ-5 кеВ), проводять фото-, термо- або фототермостимулювання, як вторинне випромінювання реєструють інтенсивність екзоемісії електронів, а пористість оцінюють за зменшенням різниці інтенсивності екзоелектронів сусідніх зон і та і-1 дефектної структури зразка у порівнянні з безпористим еталоном, далі враховуючи зміну енергії електронів та рух скануючого пучка під час збудження поверхні роблять висновок про розподіл пористості за глибиною і площиною зразка.

Спосіб, що заявляється, належить до методів дослідження матеріалів, а саме до визначення пористості матеріалів, і може бути використаний для визначення пористості поверхневих шарів матеріалів в машинобудуванні, приладобудуванні, порошковій металургії.

Відомий спосіб визначення пористості матеріалів променем лазера [1], що полягає у вимірюванні концентрації заряджених часточок в зоні падіння лазерного променя над поверхнею матеріалу, за якою роблять висновок про пористість матеріалу, причому концентрацію заряджених часточок вимірюють за допомогою електроду шляхом реєстрації електричного струму між зразком і електродом.

Спосіб характеризується високою експресністю, проте через дію потужного інфрачервоного випромінювання є руйнівним методом, що виступає недоліком під час контролю та відбракування матеріалів і виробів.

Відомий спосіб оцінки пористості покриттів [2], який полягає в приготуванні шліфа поверхні матеріалу, бомбардуванні її скануючим пучком електронів та реєстрації рентгенівського випромінювання, притаманного хімічному елементу, що входить до складу підкладки, визначенні концентраційного профілю цього елементу вздовж поверхні зразка, а визначення пористості зводиться до знаходження відношення площі сплесків інтенсивностей в кон-

центраційних профілях до загальної площі сканування електронного пучка.

До недоліків вказаного способу слід віднести наступне: необхідність додаткової підготовки поверхні зразка, можливість визначення відкритої пористості тільки плівок і покриттів унаслідок малої проникаючої здатності первинного випромінювання, знижену точність визначення пористості, обумовлену урахуванням пор розмірами (0,01-1)мкм, яка залежить від діаметру пучка електронів.

Найбільш близьким до способу, що заявляється, є спосіб визначення пористості твердих тіл [3], що полягає в опроміненні матеріалу рентгенівським або гамма-випромінюванням дозою 10^6 - $5 \cdot 10^7$ Р, проведенні термостимуляції і фотостимуляції, реєстрації густини струму екзоемісії чи кінетичної енергії екзоелектронів як вторинного випромінювання, причому пористість твердих тіл оцінюють шляхом порівняння вказаної характеристики з градуйованими залежностями, що заздалегідь отримані для еталонного матеріалу.

Загальними суттєвими ознаками відомого способу і того, що заявляється, є збудження зразка, проведення фотостимуляції і термостимуляції та реєстрація густини струму екзоелектронної емісії як вторинного випромінювання.

Недоліками вказаного способу є наступне:

- можливість оцінки пористості тільки зразка з матеріалу, для якого є попередньо отримані гра-

(19) UA (11) 51613 (13) U

дуйовані залежності, побудова яких є трудомістким процесом;

- визначення тільки загальної пористості зразка в цілому, оскільки збудження рентгенівським або гамма-випромінюванням дозою $10^6\text{-}5\cdot 10^7$ Р призводить до повного заповнення пасток надлишковими зарядами за обсягом всього зразка.

В основу корисної моделі поставлено завдання принципового спрощення і розширення інформативності при визначенні пористості поверхневих шарів без їх руйнування або зміни фізико-хімічних властивостей.

Поставлене завдання вирішується таким чином, що поверхню еталону і зразка бомбардують пучком електронів низьких або середніх енергій (50eV-5keV), проводять фото-, термо- або фототермостимулювання, як вторинне випромінювання реєструють інтенсивність екзоemisії електронів, а пористість оцінюють за зменшенням різниці інтенсивності екзоелектронів сусідніх зон і та i-1 дефектної структури зразка у порівнянні з безпористим еталоном, далі враховуючи зміну енергії електронів та рух скануючого пучка під час збудження поверхні роблять висновок про розподіл пористості за глибиною і площиною зразка.

Спосіб реалізується наступним чином.

Аналізований зразок вміщують у вакуумну камеру перед детектором електронів - вторинно-електронним помножувачем ВЕП-6. Далі зразок бомбардують протягом 2хв. пучком електронів відповідної енергії, яку можна змінювати в межах 50eV-5keV, і стимулюють emisію електронів монохроматичним світлом певної довжини хвилі від лампи ДКСШ-250 через інтерференційний фільтр або нагрівають зі швидкістю 0,2-1,2K/c до температури в інтервалі 400-500K, потім здійснюють еталонування безпористого і пористого матеріалів залежно від енергії електронів, якими збуджують поверхню на певну глибину, реєструють екзоemisійний спектр і проводять порівняльний аналіз даних.

Після цього реєструється інтенсивність екзоemisії електронів при різних енергіях збудження для досліджуваного пористого зразка і еталону. Залежності інтенсивності екзоemisії для безпористого і пористого зразка розрізняються.

Для оцінки розподілу пористості за глибиною або площиною пропонується розбивати контрольовану поверхню на зони, і пористість на i-тій зоні оцінювати за зменшенням різниці інтенсивності екзоemisії електронів сусідніх зон і та i-1 досліджуваної дефектної структури у порівнянні з безпористою. Таким чином, падіння інтенсивності екзоemisійного струму з поверхні покриття в місці дефекту можна використовувати для визначення пористості.

На підставі отриманих експериментальних даних пористість запропоновано визначати за формулою:

$$\Pi_i = \frac{I_{i-1, \text{дор}} - I_{i-1, \text{беспор}}}{I_{i-1, \text{беспор}}} \cdot 100\%,$$

де Π_i - значення пористості в зоні i;

I - інтенсивність emisії екзоелектронів;

i і i-1 - різниця інтенсивності emisії відповідно зон і та i-1 для пористого і безпористого матеріалів.

Використання запропонованого способу дає можливість змінюючи енергію електронів при збудженні зразка і шляхом сканування Уф-променем вздовж площини зразка за падінням інтенсивності екзоemisійного струму з поверхні покриття в зоні дефекту визначати пористість з різної глибини з розмірами пор від 10^{-3} мкм й вище і площиною зразка відповідно.

Приклади конкретного використання способу.

Приклад 1. За вказаною методикою оцінюють пористість зразка Ni. Непористу нікелеву пластину розміром плоскої поверхні $20 \times 20 \text{ мм}^2$ збуджують електронним пучком з енергією 200eV протягом 120с. Знімають залежність інтенсивності екзоemisії від лінійно зростаючої температури в діапазоні 290-500K. Далі беруть пористий зразок аналогічних розмірів, який отримали за допомогою пресування нікелевого порошку в матриці, з певною якістю і розміром пор та знову знімають показники залежності екзоemisії від температури в тому ж діапазоні температур. Величину, що характеризує пористість, розраховують за формулою. Чисельний розрахунок дає значення пористості 27%.

Приклад 2. За вказаною методикою проводять аналіз впливу добавок кремнію на пористість зразків з порошку заліза.

Зразки виготовлялися прямокутної форми розмірами: $3 \times 5 \times 50 \text{ мм}$, спікалися у вакуумі 10^{-4} мм рт. ст. при температурах 1423K і 1523K. Зразки з нульовим вмістом кремнію і з різними добавками кремнію пресувалися й спікалися в однакових умовах. Зразки виготовлялися із вмістом кремнію в 0,5%, 1%, 1,5% і 2%. Еталонування проводять за зразком з нульовим вмістом кремнію. Перший досліджуваний пористий зразок із вмістом Si в 0,5% вміщують у вакуумну камеру, після чого його поверхню бомбардують електронами з енергією 3keV протягом 2хв. При подальшому фототермостимулюванні виникає екзоелектронна emisія. Реєструють значення інтенсивності екзоелектронної emisії зразка і розраховують пористість за значеннями інтенсивності екзоелектронної emisії на заданих зонах еталону і досліджуваного зразка. Аналогічно вимірюють інтенсивність екзоелектронної emisії і проводять розрахунок пористості для зразків з 1%, 1,5% і 2% вмістом кремнію.

Аналіз зразків на пористість дав можливість дійти висновку, що із зростанням процентного вмісту кремнію зростає їх пористість. Для зразків без кремнію при температурі спікання 1423K протягом 2-х годин пористість зразків змінювалася в інтервалі 16,5-19,7%, із вмістом 1% кремнію для зразків, спечених за тих же умов, пористість змінювалася від 20,5 до 24%, для зразків вмісту кремнію в 2% пористість зросла до 26,5%. Для зразків, спечених при температурі 1523K, пористість змінювалася залежно від добавок кремнію таким чином: 0,5% Si- Π =(25-32)%, 1% Si- Π =(32-33)%, 1,5% Si- Π =(30-32)%, 2% Si- Π =(32-35)%. Наведені дані свідчать, що з додаванням кремнію виникає додаткова пористість Π від 9 до 20% у порівнянні із

зразками без кремнію, що виготовляються за тих же умов.

Приклад 3. За вказаною методикою досліджували розподіл пористості за глибиною алюмінієвого покриття на сталі, сформованого шляхом газотермічного напilenня.

Зразок бомбардують пучком електронів енергії, яку змінювали в межах 50eV-5keV, збільшуючи таким чином поетапно глибину проникнення електронів, проводять фотостимулювання і реєстрацію густини екзоemisійного струму при різних енергіях збудження для досліджуваного зразка і еталону. Далі за падінням інтенсивності екзоemisійного струму з поверхні покриття в зоні дефекту визначають за формулою значення пористості за глибиною.

Виявили, що для газотермічного покриття спостерігається збільшення пористості за глибиною. Наприклад, при глибині проникнення (d) в 1мкм $P=15\%$, при $d=5$ мкм - $P=17\%$, а при $d=10$ мкм - $P=20\%$.

Приклад 4. За вказаною методикою оцінюють пористість покриттів, нанесених методом мікродугового оксидування на алюмінієвому сплаві Д16Т (малопористого і пористого). Оскільки МДО-покриття, що не містять пор, отримати неможливо, що обумовлене природою процесу, беремо як еталон зразок щільного матеріалу Д16Т з мінімальним значенням пористості. Зразки по черзі вміщують у вакуумну камеру, поверхню збуджують електронним пучком з енергією 5keV протягом 2хв, проводять термостимулювання із швидкістю 1К/с.

Реєструють значення інтенсивності екзоелектронної емісії зразка і розраховують пористість за значеннями інтенсивності екзоелектронної емісії на заданих ділянках еталону і досліджуваного зразка. Результати визначення пористості такі: для малопористого покриття $P=5,6\%$, для пористого $P=15,0\%$.

Таким чином, запропонований спосіб дозволяє визначити відкрити, закрити і загальну пористість, як поверхневого шару матеріалу, так захисних покриттів і оксидних плівок різної товщини. Метод є неруйнуючим, оскільки електрони низьких і середніх енергій проникають у поверхневі шари плівки, зберігаючи її фізико-хімічні і корозійні властивості.

Джерела інформації:

1. А.с. № 1032372 СССР, МКИ G 01 N 15/08. Способ определения пористости материалов лучом лазера / Н.Н. Рыкалин, А.А. Улов, В.А. Гребенников, В.Г. Панаев, Е.Н. Власов, А.А. Ефанов (СССР). - № 3407555/18-25; заявл. 11.03.82; опубл. 30.07.83, Бюл. № 28.

2. А.с. № 1022010 СССР, МКИ G 01 N 15/08. Способ определения пористости покрытий / В.Н. Поляков, В.И. Бондарчук, Д.И. Рыжонков, В.П. Каршин (СССР). - № 3381980/18-25; заявл. 12.01.82; опубл. 07.06.83, Бюл. № 21.

3. А.с. № 1721474 СССР, МКИ G 01 N 15/08. Способ определения пористости твердых тел / В.А. Калентьев, Л.А. Благинина, Л.Г. Калентьева (СССР). - № 4667719/25; заявл. 13.02.88; опубл. 23.03.92, Бюл. № 11.