

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
ПЕТРОЗАВОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

**С. В. Логинова, В. Б. Пикулев**

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ  
ПО ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ  
И ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**

*Учебно-методическое электронное пособие*

Петрозаводск  
Издательство ПетрГУ  
2021

УДК 535  
ББК 22.344  
Л694

Издается по решению редакционно-издательского совета  
Петрозаводского государственного университета

Рецензенты:

*С. В. Бурдюх*, кандидат физ.-мат. наук,  
руководитель аналитического центра института геологии КарНЦ РАН;  
*Р. Н. Осауленко*, кандидат физ.-мат. наук, доцент

**Логинова, Светлана Владимировна.**

Л694      Лабораторный практикум по оптической микроскопии и люминесцентной спектроскопии [Электронный ресурс] : учебно-методическое электронное пособие / С. В. Логинова, В. Б. Пикулев ; М-во науки и высшего образования Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. образования Петрозавод. гос. ун-т. — Электрон. дан. — Петрозаводск : Издательство ПетрГУ, 2021. — 1 электрон. опт. диск (CD-R) ; 12 см. — Систем. требования : PC, MAC с процессором Intel 1,3 ГГц и выше ; Windows, MAC OSX ; 256 Мб ; видеосистема : разрешение экрана 800×600 и выше ; графический ускоритель (опционально) ; мышь или другое аналогичное устройство. — Загл. с этикетки диска.

ISBN 978-5-8021-3881-6

В пособии представлена вторая часть учебно-методических материалов, используемых для проведения практических занятий и лабораторных занятий по оптической микроскопии и люминесцентной спектроскопии в рамках дисциплин «Материаловедение и технология конструктивных материалов», «Теоретическое и прикладное материаловедение», «Физика полупроводников», «Нанoeлектроника», «Физика микроэлектронных приборов», читаемых студентам физико-технического института Петрозаводского государственного университета.

УДК 535  
ББК 22.344

ISBN 978-5-8021-3881-6

© Логинова С. В., Пикулев В. Б., 2021  
© Петрозаводский государственный университет, 2021

# ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>Введение</b> .....	4
<b>Глава 1. Механические свойства металлов и сплавов</b> .....	5
1.1. Краткая характеристика механических свойств .....	5
1.2. Вопросы для самоконтроля.....	14
1.3. Лабораторная работа № 8. Определение микротвердости сталей и цветных сплавов .....	14
1.4. Лабораторная работа № 9. Определение микротвердости керамических материалов.....	17
1.5. Лабораторная работа № 10. Исследование микроструктуры сварного соединения .....	17
<b>Глава 2. Люминесцентная спектроскопия</b> .....	20
2.1. Краткие теоретические сведения.....	20
2.2. Вопросы для самоконтроля.....	23
2.3. Лабораторная работа № 11. Изучение люминесцентных свойств алмазов.....	23
2.4. Лабораторная работа № 12. Исследование люминесценции квантовых точек .....	27
<b>Список литературы</b> .....	29
<b>Приложения</b> .....	31

## ВВЕДЕНИЕ

Современные материалы представляют собой сложные объекты, детальные исследования которых дают возможность получить обширную информацию о структуре и свойствах этих материалов, что позволит точнее прогнозировать поведение материалов в процессе их эксплуатации, лучше понимать взаимосвязь строения и свойств материалов, изменять свойства материалов с помощью различных видов обработки.

Исследованию макро- и микроструктуры материалов (металлографическому анализу) уделено внимание в первой части учебно-методического пособия «Лабораторный практикум по оптической микроскопии и ИК-спектроскопии» [1].

Для конструкционных материалов важными являются механические свойства. Важно понимать, как будет вести себя изделие, изготовленное из того или иного сплава, в процессе эксплуатации, как будут изменяться свойства материала, например, при низких температурах, при нахождении в агрессивных средах и т. п. Важно твердо представлять с помощью каких технологий можно изменить свойства материала для обеспечения его долговременной работы в реальных условиях.

Физические методы исследования позволяют изучать структуру, физические характеристики твердого тела, анализировать особенности превращений, происходящих в материале в результате внешних воздействий.

Примеси, дефекты и наноразмерные включения в малых количествах не оказывают влияния на механические свойства материала и могут не определяться физическими и химическими методами анализа состава вещества. Однако даже в малых количествах эти особенности строения материала изменяют его оптические свойства, что мы можем видеть из анализа спектров поглощения и излучения света. Люминесцентные методики активно используются в различных отраслях промышленности для диагностики качества производимых материалов. Кроме того, известно большое количество материалов как естественного происхождения, так и созданных человеком, которые обладают люминесцентными свойствами и в этой связи находят самое широкое применение. Достаточно сказать, что в основе работы любого светодиода лежит эффект электролюминесценции соответствующего полупроводника, и задача поднять эффективность такой люминесценции успешно решается в индустрии полупроводников на протяжении последних десятилетий. Это, в частности, позволило практически полностью перейти от ламп накаливания к экономичным и компактным светодиодным устройствам. Еще одним направлением, тесно связанным с передовыми научными достижениями, является микроскопия сверхвысокого разрешения, которая применяется для исследования люминесцирующих объектов. В настоящее время разработано большое количество разновидностей конфокальных микроскопов и микроскопов широкого поля; самым простым из последних можно считать эпи-флуоресцентный микроскоп.

Нельзя не упомянуть о том, что уникальным и востребованным свойством многих видов наночастиц и наноразмерных материалов является их высокая люминесцентная активность. Это явление находит применение в различных областях жизнедеятельности человека: от лазеров до медицинских препаратов, от компактных сенсоров до химических катализаторов. В этой связи обучение методикам исследования люминесцентных свойств материалов представляется весьма актуальной задачей.

Данное пособие предназначено для студентов таких направлений подготовки, как «Приборостроение», «Электроника и нанoeлектроника», «Техническая физика», «Теплоэнергетика и теплотехника», изучающих дисциплины «Материаловедение и технология конструкционных материалов», «Теоретическое и прикладное материаловедение», «Физика полупроводников», «Физика микроэлектронных приборов». Пособие представляет собой вторую часть учебно-методических материалов по указанным выше дисциплинам.

# ГЛАВА 1. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

## 1.1. Краткая характеристика механических свойств

Под механическими свойствами понимают реакцию материала на действие приложенных внешних механических сил. В результате действия внешних механических нагрузок возможно деформирование и разрушение материала. Основными механическими свойствами металлов и сплавов являются прочность, пластичность, твердость и вязкость. Количественные характеристики (числовые значения) механических свойств определяют с помощью механических испытаний специальным образом изготовленных образцов на специальных устройствах, согласно ГОСТам. Испытания делят на три вида: статические, динамические и циклические.

*Прочность* — свойство материала оказывать сопротивление деформации, разрушению под действием внешних и внутренних напряжений.

*Напряжение*  $\sigma$  определяют как отношение силы  $P$  к начальной площади сечения образца  $S_0$ , на которую эта сила действует:

$$\sigma = \frac{P}{S_0}. \quad (1)$$

Единицы измерения напряжения — кгс/мм<sup>2</sup> или МПа.

Для определения количественных характеристик прочности проводят статические испытания. К *статическим* относятся испытания, при которых внешняя нагрузка прикладывается медленно, плавно [2]. Числовые значения прочности при растяжении можно получить проводя испытания на разрывной машине, которая снабжена необходимыми устройствами для вычерчивания диаграммы растяжения изучаемого материала [3]. Разрывная машина представляет собой устройство, в котором закрепляют концы цилиндрического (или плоского) образца (ГОСТ 1497-84) и растягивают образец до разрушения, т. е. разделения на части, путем плавного увеличения нагрузки. Таким образом, диаграмма растяжения позволяет проанализировать, как ведет себя материал при деформировании с момента нагружения до его разрушения. На рисунке 1, а представлена типичная диаграмма растяжения пластичного металла, построенная в координатах: нагрузка  $P$  — удлинение образца  $\Delta l$ . Такая диаграмма характерна, например, для малоуглеродистой стали.

При растяжении образца площадь его поперечного сечения изменяется. Сила, которую необходимо приложить, чтобы растянуть образец, зависит от площади поперечного сечения образца. Таким образом, нагрузка  $P$  и удлинение образца  $\Delta l$  не могут качественно охарактеризовать материал [3]. С их помощью можно описать поведение образца. Кроме того, в каждый момент времени достаточно сложно зафиксировать площадь поперечного сечения образца.

Для получения количественных характеристик такого механического свойства как прочность требуется перестроить машинную диаграмму растяжения  $P - \Delta l$  в диаграмму условных напряжений (рис. 1, б). Эта диаграмма представляет собой зависимость условного напряжения  $\sigma = \frac{P}{S_0}$  от относительного удлинения образца (деформации)  $\varepsilon = \Delta l/l_0$ , где  $l_0$ ,  $S_0$  — начальная длина и площадь поперечного сечения образца.

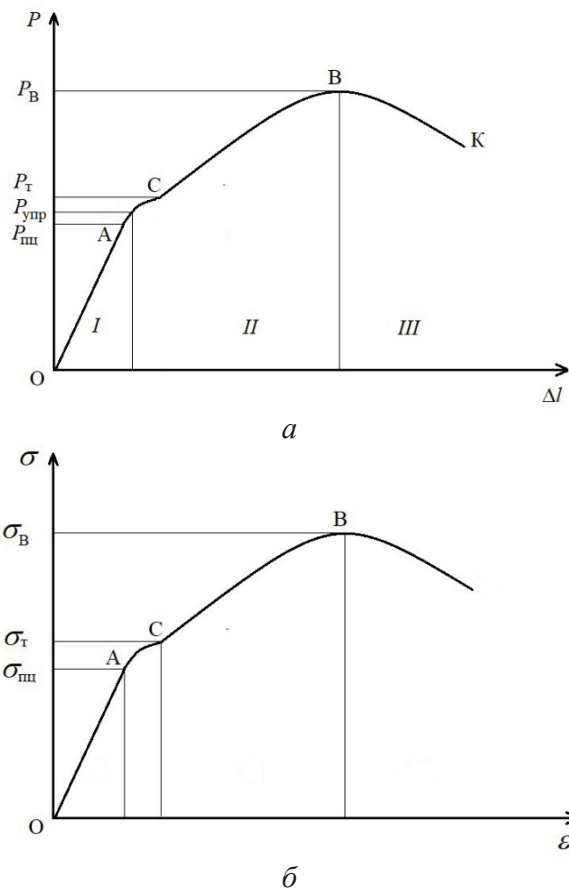


Рис. 1. Диаграмма растяжения (а), условных напряжений (б)

На диаграмме растяжения можно выделить три области: I — область упругой деформации; II — область равномерной пластической деформации; III — область сосредоточенной пластической деформации (разрушения материала).

В области I наблюдается прямолинейный участок (ОА) диаграммы, что указывает на пропорциональную зависимость между нагрузкой  $P$  и удлинением образца  $\Delta l$ . Если образец нагрузить до нагрузки  $P_{шт}$ , а потом снять приложенную нагрузку, то образец вернется к своим исходным форме и размерам. Такая деформация называется *упругой*.

В кристаллическом материале атомы занимают строго определенные положения, межатомные расстояния строго фиксированы. Атомы находятся на определенном расстоянии ( $r_0$ ) друг от друга, на котором их энергия связи ( $E_{св}$ ) минимальна (рис. 2), что делает кристалл термодинамически стабильным.

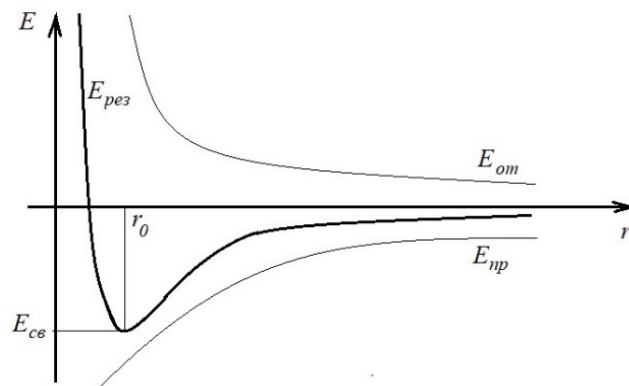


Рис. 2. Зависимость энергии взаимодействия между атомами от расстояния между ними ( $E_{от}$  — энергия отталкивания;  $E_{пр}$  — энергия притяжения;  $E_{рез}$  — результирующая энергия взаимодействия)

При смещении атомов на небольшие расстояния по сравнению с  $r_0$  энергия связи между ними уже не будет минимальна. Поэтому после того, как внешнее нагружение будет снято, силы межатомного взаимодействия будут стремиться вернуть атомы в их исходные положения для достижения минимума энергии связи.

Напряжение, которое соответствует точке А, называют пределом пропорциональности ( $\sigma_{\text{пл}}$ ) [2]. Его часто отождествляют с *условным пределом упругости*.

Наклон отрезка ОА позволяет охарактеризовать жесткость металла: он показывает, как внешняя нагрузка изменяет межатомные расстояния, что в первом приближении позволяет получить информацию о силах межатомного притяжения [4].

Тангенс угла наклона ОА к оси абсцисс пропорционален модулю нормальной упругости  $E$ , который может быть определен как:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}. \quad (2)$$

Модуль упругости характеризует сопротивление металла упругой деформации. Значения модуля упругости является константой материала. Например, для низкоуглеродистой стали  $E = 211,9 \cdot 10^9$  Па, для алюминия  $E = 70,6 \cdot 10^9$  Па [5]. Модуль упругости является структурно нечувствительной механической характеристикой материала: различные методы модификации структуры практически не изменяют значения модуля упругости.

Выше точки А нарушается пропорциональная зависимость между напряжением  $\sigma$  и деформацией  $\varepsilon$  из-за упругих несовершенств материала, которые связаны с дефектами решетки [6].

Пределом упругости ( $\sigma_{\text{упр}}$ ) считают то наибольшее напряжение, которое не обнаруживает в материале остаточных напряжений.

*Пределом упругости* называют такое напряжение, пластическая деформация при котором достигает малой величины, установленной условиями (0.001 %, 0.005 %, 0.05 %) [6]. Так предел упругости  $\sigma_{0,05}$  — это напряжение, при котором остаточная деформация не превышает 0.05 %.

Предел упругости является важной характеристикой пружинных материалов, которые применяются при изготовлении упругих элементов приборов [6].

При нагрузках больших  $P_{\text{упр}}$  возникает не только упругая, но и пластическая (остаточная) деформация. Результат пластической деформации не исчезает после снятия нагрузки.

Напряжение ( $\sigma_{0,2}$ ), при котором остаточная деформация составляет 0.2 %, называется *условным пределом текучести*.

Иногда при растяжении металлов при достижении предела текучести  $\sigma_T$  на кривой растяжения можно наблюдать «площадку текучести»: образец деформируется (удлинится) без увеличения прикладываемой нагрузки. Напряжение  $\sigma_T$  называют *физическим пределом текучести*:

$$\sigma_m = \frac{P_m}{S_0}. \quad (3)$$

При дальнейшем нагружении возникает значительная пластическая деформация во всем объеме металла. При пластическом деформировании изменения в кристаллическом материале имеют необратимый характер. Одна часть кристалла смещается относительно другой его части. Это смещение может происходить путем скольжения атомных плоскостей или путем двойникования. При пластическом деформировании происходит движение дислокаций. Плотность дислокаций в реальном кристалле может достигать  $10^4 \div 10^8$  см<sup>-2</sup>. Значительная пластическая деформация может на несколько порядков увеличить плотность дислокаций в материале, то есть привести к упрочнению материала. Однако увеличение плотности дислокаций выше  $10^{12}$  см<sup>-2</sup> приводит к возникновению трещин и разрушению металла, например, за счет образования порового пространства большого размера при скоплении дислокаций.

Напряжение, соответствующее точке В на диаграмме условных напряжений, называется *пределом прочности* ( $\sigma_B$ ), или *временным сопротивлением*. *Предел прочности* — напряжение, которое соответствует наибольшей нагрузке, предшествующей разрушению образца:

$$\sigma_B = \frac{P_B}{S_0}. \quad (4)$$

Истинное сопротивление разрушению определяют как отношение нагрузки, соответствующей точке К на диаграмме растяжения, к площади поперечного сечения образца в месте разрушения ( $S_K$ ):

$$\sigma^*_{ист} = \frac{P_K}{S_K}. \quad (5)$$

Разрушение материала (разделение его на части) состоит из двух процессов: зарождение трещины и ее распространение. Точка В является точкой, характеризующей момент образования трещины. Трещины могут образовываться при скоплении большого числа дислокаций, например, на границах зерен, при встречном движении дислокаций по разным плоскостям скольжения. В результате будут образовываться поры (пустоты), которые сливаясь будут образовывать трещины. Рост (распространение) трещин возможен либо за счет внешних сил (энергия прикладывается извне) — вязкое разрушение, либо за счет внутренних напряжений в материале — хрупкое разрушение. Возможны промежуточные способы разрушения: сначала вязкое разрушение, потом — хрупкое [4].

Важным показателем надежности материала является предел текучести, так как нельзя допустить значительной пластической деформации конструкции, детали или изделия в процессе эксплуатации. Также важно знать предел прочности, чтобы представлять, при каких нагрузках деталь или изделие начнет разрушаться.

Для сравнения на рисунке 3 представлена диаграмма растяжения хрупкого металла. Такой вид диаграммы характерен, например, для чугуна. Разрушение чугуна происходит внезапно при малых значениях деформаций.

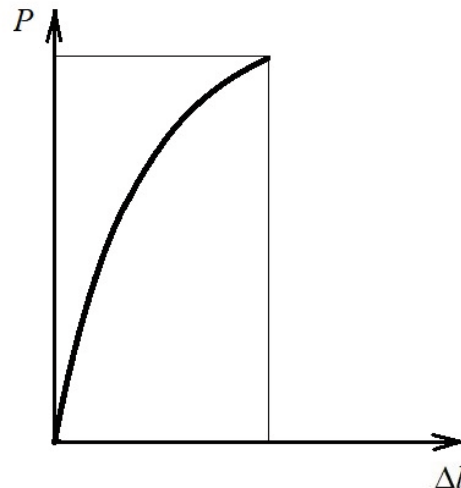


Рис. 3. Диаграмма растяжения хрупкого материала

На такой диаграмме отсутствует явно выраженный прямолинейный участок, отсутствует площадка текучести, нет зоны упрочнения. При проведении испытаний на растяжение таких материалов обычно определяют только максимальную нагрузку [3].

Таким образом, количественными характеристиками механического свойства прочности являются  $\sigma_{пл}$ ,  $\sigma_{упр}$ ,  $\sigma_T$ ,  $\sigma_B$ .

Изложенное выше позволяет заключить, что влияние дислокаций на прочность материала велико. Наличие линейных дефектов в структуре металла является причиной более низких значений характеристик прочности по сравнению с теоретическими значениями. В бездислокационных кристаллах прочность приближается к теоретической.

В реальных материалах увеличение плотности дислокаций, уменьшение их подвижности за счет движения этих дефектов в разных плоскостях и в разных направлениях приводит к увеличению прочности кристаллического материала. Также прочность можно повысить за счет механического наклепа (деформационного упрочнения), измельчения зерен, некоторых видов термической обработки, путем внедрения чужеродных атомов в кристаллическую решетку материала (легирования). Механический наклеп увеличивает плотность дислокаций,



возникает «лес дислокаций», дислокации, движущиеся в разных направлениях, начинают мешать друг другу перемещаться. Границы зерен являются препятствиями для движения дислокаций, так как при переходе через границу зерна нет продолжения атомных плоскостей. Следовательно, чем меньше зерна в металле, тем больше препятствий для движения линейных дефектов возникает. Внедрение атомов другого сорта приводит к локальным искажениям кристаллической решетки, которые препятствуют движению дислокаций. Внедрение равномерно распределенных в объеме мелкодисперсных частиц в структуру сплавов также является способом упрочнения материалов.

В то же время наличие дислокаций в металлическом кристалле оказывает влияние на пластичность материала, т. е. на его способность пластически деформироваться.

Проводя статические испытания на растяжение, можно также получить количественные характеристики другого механического свойства — *пластичности*.

*Пластичность* — свойство материала деформироваться без разрушения под действием приложенных внешних нагрузок. Количественными характеристиками пластичности являются относительное удлинение ( $\delta$ ) и относительное сужение ( $\psi$ ).

Относительное удлинение может быть определено по формуле:

$$\delta = \frac{l_K - l_0}{l_0} \cdot 100 \%, \quad (6)$$

где  $l_0$  и  $l_K$  — начальная и конечная (после испытания) длина образца.

Относительное сужение определяют следующим образом:

$$\psi = \frac{S_0 - S_K}{S_K} \cdot 100 \%, \quad (7)$$

где  $S_0$  и  $S_K$  — начальная и конечная (после разрыва) площадь поперечного сечения образца.

Материал считается надежным, если  $\delta \geq 15 \%$ ,  $\psi \geq 45 \%$  [7].

*Вязкость* — свойство металлов оказывать сопротивление разрушению при ударных нагрузках. Характеристикой вязкости является ударная вязкость ( $KC$ ), значения которой получают, проводя динамические испытания на маятниковом копре [2, 7, 8]. Суть метода заключается в разрушении образца, установленного на пути маятника, посередине одним ударом ножа маятника. Для проведения испытаний на ударный изгиб изготавливают образец с концентратором (надрезом). Удар маятника выполняется со стороны противоположной концентратору. Концентраторы могут быть трех видов: U-образный, V-образный, T- с усталостной трещиной, созданной в основании надреза (рис. 4). Соответственно, ударную вязкость обозначают:  $KCU$ ,  $KCV$ ,  $KCT$ .

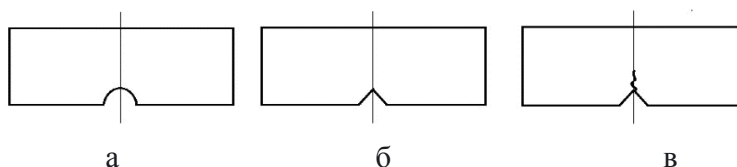


Рис. 4. Виды концентраторов: а — U-образный, б — V-образный, в — T- с усталостной трещиной

Ударную вязкость ( $KC$ ) определяют как работу удара ( $A_p$ ), отнесенную к начальной площади поперечного сечения образца в месте концентратора ( $S_0$ ):

$$KC = \frac{A_p}{S_0}. \quad (8)$$

*Твердость* — свойство материала оказывать сопротивление пластической деформации при контактном воздействии в приповерхностном слое.

Рассмотренные выше методы определения механических свойств являются разрушающими методами. Методы определения твердости являются неразрушающими методами. Они не требуют изготовления специальных образцов. По способу приложения нагрузки методы определения твердости различаются на методы индентирования, методы царапания и др. По твердости материалов можно делать выводы о других механических свойствах материалов таких, например, как прочность, о ряде эксплуатационных характеристик материалов: сопро-

тивлении истиранию, особенностях шлифования, обработке резанием, давлением и т. д. Благодаря этому методы определения твердости материалов получили широкое распространение.

Известны несколько видов испытаний на твердость путем вдавливания индентора: метод Бринелля, метод Роквелла, метод Виккерса, метод определения микротвердости. Суть методов заключается в следующем: при вдавливании индентора в исследуемую поверхность материал пластически деформируется, при этом, чем меньше сопротивление материала пластической деформации, тем на большую глубину погрузится индентор и тем меньше твердость материала. Выбор метода определения чисел твердости того или иного материала, выбор размеров и формы индентора, выбор величин нагрузок определяется ГОСТами.

В перечисленных методах используются разные (по форме и размерам) виды инденторов. В методе Бринелля для пластического деформирования поверхности используется стальной шарик или шарик, изготовленный из твердого сплава (рис. 5, а). В методе Роквелла — алмазный конус с углом в вершине  $120^\circ$  (рис. 5, б) или закаленный шарик диаметром 1.588 мм. Индентор в виде правильной четырехгранной алмазной пирамиды с углом при вершине  $136^\circ$  используется в методе Виккерса (рис. 5, в). Результат пластической деформации образца фиксируется — измеряются размеры отпечатка, а далее рассчитывается число твердости. Так, в методе Бринелля твердость  $HB$  определяют как отношение нагрузки  $P$ , выраженной в кгс, к площади поверхности отпечатка  $S$ , имеющего форму шарового сегмента:

$$HB = \frac{P}{S} = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (9)$$

где  $d$  и  $D$  — диаметры отпечатка и закаленного шарика, в мм.

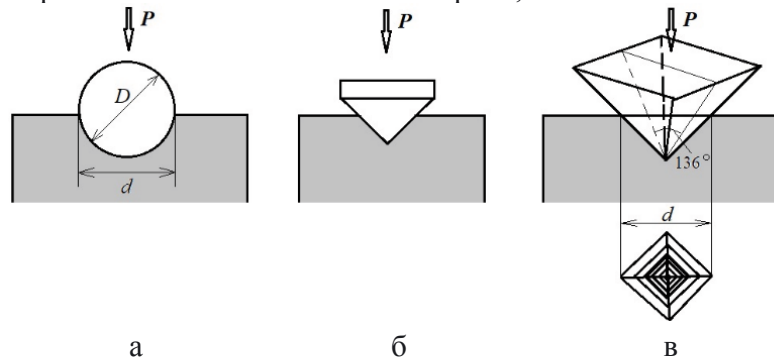


Рис. 5. К описанию методов определения твердости: а — метод Бринелля, б — метод Роквелла, в — метод Виккерса

Диаметр шарика и прикладываемую нагрузку выбирают в зависимости от исследуемого материала. Так для стали и чугуна выбирают нагрузку  $P = 30D^2$ , для медных сплавов —  $P = 10D^2$ , для алюминия —  $P = 2,5D^2$ . То есть, например, для стали выбирают шарик диаметром  $D = 10$  мм и нагрузку  $P = 3000$  кгс.

Число твердости по Бринеллю записывают без единиц измерения, например, так:  $250 HB$ , если испытания проводились по типовым режимам ( $D = 10$  мм,  $P = 3000$  кгс), или следующим образом:  $250 HB 5/520/30$ , что означает, что число твердости  $250 HB$  было получено при использовании шарика диаметром 5 мм, величине нагрузки — 520 кгс, длительности выдержки — 30 с [9].

Между пределом прочности  $\sigma_B$  (в МПа) и твердостью  $HB$  имеется следующая зависимость:

$$\sigma_B = K \cdot HB, \quad (10)$$

где  $K$  — коэффициент, равный 3.5 для сталей, 4.5 — для меди, 3.5 — для алюминиевых сплавов.

Твердость  $HR$  методом Роквелла определяют путем вдавливания индентора в исследуемый образец при последовательном приложении сначала предварительной нагрузки, а затем — основной, и измерении глубины отпечатка  $h$  после снятия только основной нагрузки [10]. Существует несколько шкал твердости по Роквеллу, что связано с разными возможными

комбинациями нагрузка — индентор. Наиболее распространены шкалы: *A* (индентор — конус, нагрузка  $P = 500$  Н), *B* (индентор — шарик, нагрузка  $P = 900$  Н), *C* (индентор — конус, нагрузка  $P = 1400$  Н) [7]. Числа твердости по этим шкалам обозначаются как *HRA*, *HRB*, *HRC*.

Число твердости по Виккерсу (*HV*) определяют как отношение нагрузки  $P$  к площади поверхности отпечатка  $S$ , которую находят, предварительно измерив длину диагоналей отпечатка и определив их среднее арифметическое значение  $d$ :

$$HV = \frac{P}{S} = 1.854 \frac{P}{d^2}, \quad (11)$$

так как не трудно показать (рис. 5, в), что площадь поверхности отпечатка  $S$  может быть найдена следующим образом:

$$S = \frac{d^2}{2 \sin \frac{136^\circ}{2}}.$$

*HV* выражена в кгс/мм<sup>2</sup>.

Числа твердости *HV* можно приближенно перевести в числа твердости по Бринеллю *HB* и по Роквеллу *HR* (для сталей см. приложение 1) [11].

*Микротвердость* — твердость в микроскопически малых объемах. Ее определяют для тонких покрытий, тонких пленок, фольг, лент, проволок, отдельных структурных составляющих (отдельных зерен, включений отдельных фаз и т. п.). Согласно ГОСТ 9450-76 измерение микротвердости проводят вдавливанием алмазных наконечников разной формы в зависимости от типа исследуемых материалов [9]. Различают два метода испытаний: метод восстановленного отпечатка и метод невосстановленного отпечатка. Основным методом — метод восстановленного отпечатка — заключается в пластическом деформировании поверхности исследуемого образца, измерении размеров отпечатка и определении числа микротвердости ( $H_\mu$ ). Метод невосстановленного отпечатка состоит в нанесении отпечатка с одновременным определением его глубины. Данный метод используют для получения дополнительных характеристик материала, таких как упругое восстановление или ползучесть [9].

В случае использования в качестве индентора алмазной правильной четырехгранной пирамиды с углом при вершине  $136^\circ$  метод определения числа микротвердости (*HV*) соответствует методу Виккерса. Основное отличие методов состоит в использовании небольших нагрузок: число твердости определяют, применяя нагрузки от 0.05 до 5 Н. Число твердости определяют по формуле (11) или по среднему арифметическому значению длин диагоналей отпечатка с использованием специальных таблиц (см. прил. 2).

Данный метод определения микротвердости может быть использован для оценки степени ( $\Delta H_\mu$ ) поверхностного упрочнения после высокоэнергетических воздействий, таких как лазерное воздействие, воздействие ультразвуком и т. д. [10]:

$$\Delta HV = \frac{HV - HV^{исх}}{HV^{исх}} \cdot 100\%,$$

где  $HV^{исх}$  и  $HV$  — микротвердость исходной и упрочненной поверхности.

Важно понимать, что макротвердость является интегральной характеристикой [12] поликристалла, состоящего из разориентированных зерен, или сплава, структура которого образована разными фазами, в то время как микротвердость представляет собой твердость или отдельного зерна, или какой-то одной структурной составляющей сплава.

Механические свойства материалов зависят от их структуры, химического состава, способов обработки [1] (рис. 6).



Рис. 6. Связь химического состава, структуры (строения) и свойств [1]

На механические свойства сталей оказывает влияние содержание в них углерода. Так, например, горячекатаные стали без термической обработки и углеродистые стали после отжига имеют феррито-перлитную структуру, которая состоит из феррита и цементита. Цементит обладает высокой твердостью и хрупкостью. Содержание цементита в стали растет пропорционально увеличению концентрации углерода. Поэтому с ростом концентрации углерода увеличивается прочность и твердость, а пластичность и вязкость снижаются (рис. 7) [6].

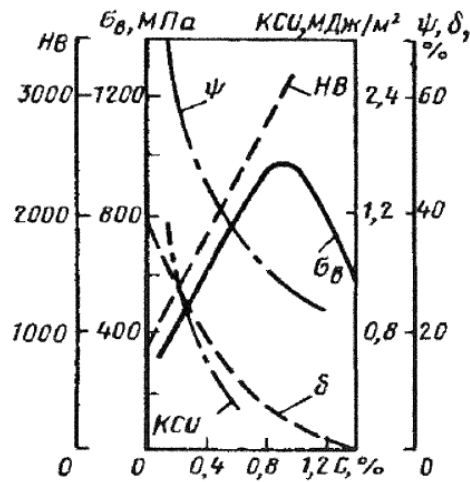


Рис. 7. Влияние углерода на механические свойства горячекатаных сталей [6]

Свойства сплавов зависят от того, какие фазы и соединения образовали компоненты сплава. Фазовый состав и структура сплавов может быть определена с помощью диаграммы состояния. Между видом диаграммы состояния и свойствами (механическими, физическими) сплавов существует определенная связь (рис. 8).

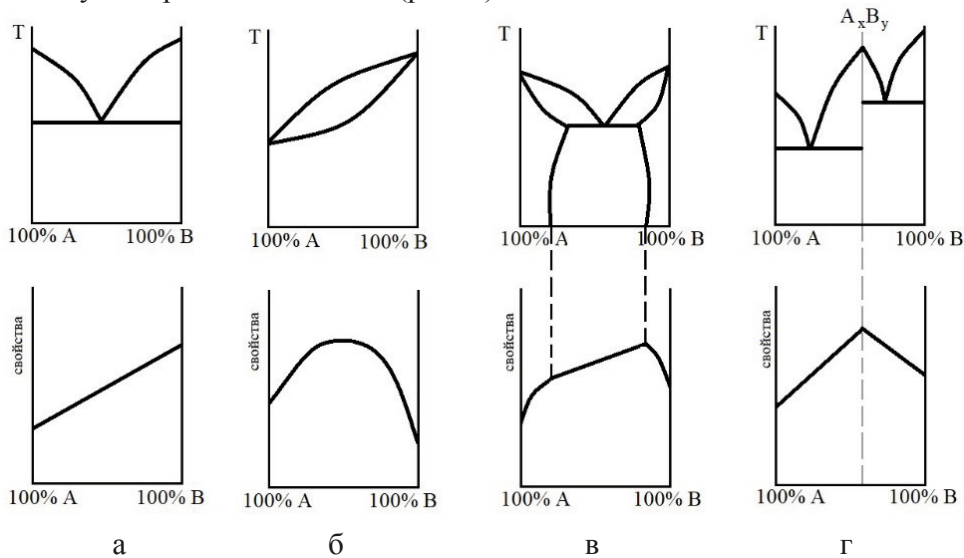


Рис. 8. Связь между видом диаграммы состояния и свойствами сплавов

При образовании механических смесей [1] (диаграмма с эвтектикой, рис. 8, а) свойства сплавов изменяются линейно с изменением концентрации компонентов, то есть количественные характеристики свойств находятся в интервале между численными значениями характеристик для чистых компонентов.

В случае образования непрерывного ряда твердых растворов (рис. 8, б) свойства будут изменяться криволинейно. При этом количественные характеристики свойств могут существенно отличаться от таковых для чистых компонентов.

При образовании ограниченных твердых растворов (рис. 8, в) свойства сплавов в однофазных областях изменяются по криволинейному закону, в двухфазных — по прямолинейному.

В том случае, когда образуется устойчивое химическое соединение (рис. 8, г), свойства сплавов изменяются прямолинейно от свойств чистого компонента А до химического соединения  $A_xB_y$  и от химического соединения до компонента В. Точка, соответствующая химическому соединению, называется *сингулярной (особой) точкой*.

Различного вида обработка (механическая, термическая, химическая) также оказывает существенное влияние на структуру, а значит, и на механические свойства металлов и сплавов. На рисунке 9 показана зависимость механических свойств металлов от степени деформирования. Холодная пластическая деформация (деформационное упрочнение, наклеп) изменяет свойства металла тем сильнее, чем больше степень деформации.

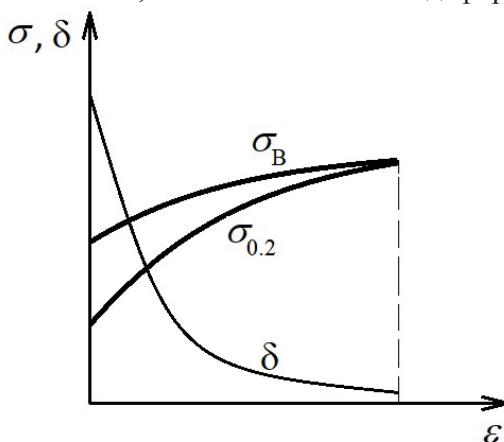


Рис. 9. Зависимость механических свойств от степени деформации

При деформировании повышаются прочность, твердость, понижаются пластичность и вязкость. Как видно из рисунка 9, на начальной стадии деформации механические свойства изменяются существенно, затем скорость их изменения снижается. По мере возрастания деформации предел текучести растет быстрее предела прочности. При очень высокой степени деформирования значения предела прочности и предела текучести выравниваются, а относительное удлинение становится равным нулю. Это состояние металла является предельным: дальнейшее деформирование приведет к разрушению металла. Методом деформационного упрочнения прочность и твердость металла можно повысить в 1,5—3 раза, а предел текучести — в 3—7 раз [6]. В результате наклепа изменяются не только механические, но и физические свойства металлов.

Различные виды термической обработки металлов и сплавов (отжиг, закалка, отпуск, старение), применяемые к слиткам, отливкам, полуфабрикатам и готовым изделиям, также изменяют структуру и механические свойства. На рисунке 10 показано влияние температуры отпуска на свойства легированной стали 18X2H4BA [6].

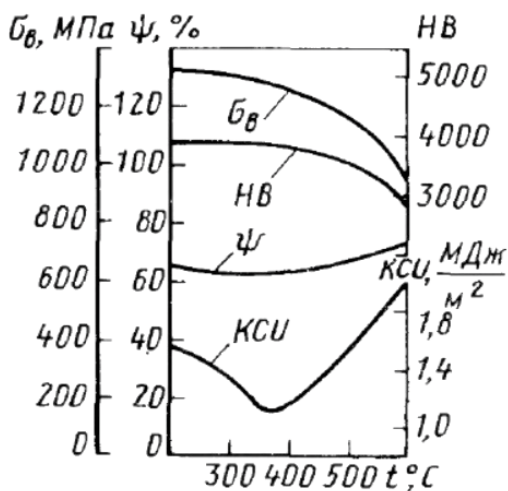


Рис. 10. Влияние температуры отпуска на механические свойства стали 18X2H4BA [6]

Эксплуатация изделий, деталей, элементов сооружений часто происходит в широких диапазонах давлений и температур, при воздействии на них многократно повторяющихся знакопеременных (вибрационных) нагрузок и т. д. В подобных случаях значения характеристик механических свойств будут отличаться от справочных данных. Дополнительные сведения о хрупкости (хладноломкости), износостойкости, выносливости, усталостной прочности, термической усталости, ползучести и т. д. дадут более полное представление о долговечности и надежности деталей и изделий.

## **1.2. Вопросы для самоконтроля**

1. Какова цель исследования механических свойств металлов и сплавов?
2. Что называют деформацией?
3. Какую деформацию называют упругой (пластической)?
4. Изобразите диаграмму растяжения пластичного материала. Какие характерные участки на ней можно выделить?
5. Изобразите диаграмму растяжения хрупкого материала.
6. Что такое напряжение?
7. Чем отличаются истинные и условные напряжения?
8. Какую диаграмму называют диаграммой условных напряжений?
9. Что такое модуль нормальной упругости?
10. Как объяснить наличие участка упрочнения на диаграмме растяжения?
11. Что такое предел пропорциональности (упругости, текучести, прочности)?
12. Что такое временное сопротивление разрыву?
13. Перечислите количественные характеристики прочности.
14. Какие количественные характеристики определяют пластичность материала?
15. Как рассчитать относительное удлинение (относительное сужение) образца?
16. Что такое вязкость (ударная вязкость)?
17. Дайте определение твердости (микротвердости).
18. Дайте характеристику методам определения твердости по Бринеллю, Роквеллу, Виккерсу.
19. Как обозначают твердость по Бринеллю, Роквеллу, Виккерсу?
20. В чем заключается метод измерения микротвердости?
21. В чем заключается метод восстановленного (невосстановленного) отпечатка?
22. Есть ли взаимная связь между значениями чисел твердости и микротвердости?
23. Какое влияние на механические свойства сталей оказывает содержание в ней углерода?
24. Как зависят механические свойства металлов от степени холодной пластической деформации?

## **1.3. Лабораторная работа № 8. Определение микротвердости сталей и цветных сплавов**

Цель работы: знакомство с одним из методов определения микротвердости — методом восстановленного отпечатка.

В данной работе для определения микротвердости используется прибор ПМТ-3, описание которого дано в приложении 3.

Для правильного проведения эксперимента необходимо точно соблюдать инструкции по работе с прибором, требования к образцам и нагрузкам, рекомендации по проведению испытаний и измерений.

Глубина вдавливания индентора в металлографический шлиф составляет несколько микрометров, что соизмеримо с глубиной слоя металла, получаемого в результате шлифовки и по-

лировки поверхности. Поэтому важно, подготавливая поверхность шлифа, исключить возможность изменения ее микротвердости [9, 10].

Необходимо учитывать толщину шлифов ( $h$ ). Так, для продольных шлифов должно выполняться следующее условие [10]:

$$h = \frac{d}{7} \leq \frac{\delta}{10}, \text{ где } d \text{ — диагональ отпечатка, } \delta \text{ — толщина образца.}$$

На участке, на который планируется нанести отпечаток, могут наблюдаться границы слоев, зерен, включения других фаз. Отпечаток можно наносить на расстоянии, большем  $2 \cdot d$  от подобных областей. Таким же должно быть расстояние от края шлифа до центра отпечатка. Расстояния между центрами соседних отпечатков должны быть в три раза больше диагонали отпечатка [10].

Следует отметить, что образец необходимо нагружать плавно (индентор опускают  $\sim 15$  с.), под действием безынерционной нагрузки, с постоянной скоростью. Быстрое нагружение может стать причиной занижения числа микротвердости за счет ударного воздействия индентора на поверхность шлифа и, например, проламывания участка покрытия над порой, микротрещиной или менее твердой фазой.

Также плавно следует перемещать и предметный столик.

При правильном выполнении всех указанных выше операций отпечаток алмазной пирамидки должен оказаться в центре перекрестия нитей (рис. 11, а). Далее необходимо провести измерение размеров отпечатка, а затем определить число микротвердости. Схема, поясняющая способ измерения диагонали отпечатка, представлена на рисунке 11, б-в.

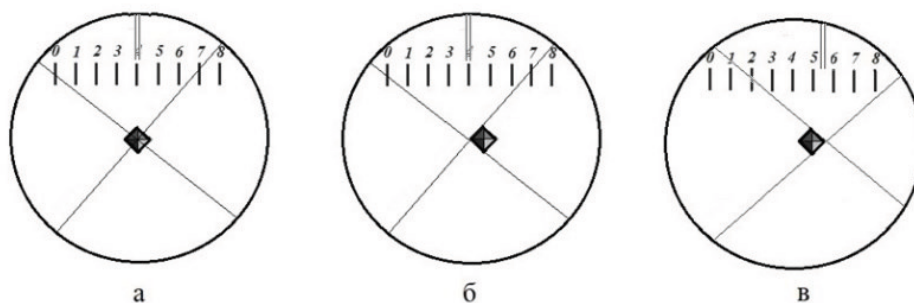


Рис. 11. Схема, поясняющая способ измерения диагонали отпечатка

Первоначально необходимо установить окуляр-микрометр так, чтобы при вращении барабанчика окуляра перекрестие нитей перемещалось строго вдоль одной из диагоналей отпечатка. Далее перемещают предметный столик с помощью винтов (2) и (3) (см. рис. 18, прил. 3) так, чтобы подвести отпечаток к перекрестию нитей справа (рис. 11, б). Затем с помощью барабанчика нити перекрестия подводят к правому углу отпечатка (рис. 11, в). Далее определяют диагональ отпечатка в делениях шкалы барабанчика как разность показаний шкалы в обоих положениях. Аналогичным образом определяют длину второй диагонали отпечатка и находят среднее арифметическое значение диагоналей. Полученное среднее значение диагонали отпечатка ( $d$ ) следует умножить на цену деления шкалы барабанчика окуляр-микрометра.

Число твердости определяют по специальным таблицам (см. прил. 2) или по формуле:

$$HV = 1854 \frac{P}{d^2}. \quad (12)$$

Если нагрузка  $P$  будет выражена в граммах, а диагональ отпечатка  $d$  — в микрометрах, то значение твердости  $HV$  будет определено в кгс/мм<sup>2</sup>.

#### **Ход работы:**

1. Изучить устройство микротвердомера (прил. 3).
2. Получить от преподавателя шлифы для проведения испытаний.
3. С помощью металлографического микроскопа изучить структуру поверхности шлифов. С помощью атласа [13] определить вид сплава. Зарисовать и подписать структурные составляющие сплавов, заполнить таблицу 1.
4. Рассмотреть поверхность микрошлифа и выбрать первый участок поверхности, на который будет поставлен отпечаток.

5. Провести испытания при трех разных нагрузках отдельно для каждой структурной составляющей. Индентирование выполнить пять раз при каждой нагрузке. Измерить диагонали отпечатков ( $d_1$  и  $d_2$ ) и вычислить их среднее арифметическое значение ( $d_{cp}$ ) в микрометрах. Результаты измерений занести в таблицу 2.

Таблица 1

### Микроструктура сплавов

Номер образца	Рисунок структуры	Вид сплава	Структурные составляющие и их доля в %

6. Рассчитать число микротвердости по формуле (12). Найти среднее значение микротвердости и оценить среднеквадратичную погрешность измерений (прил. 4).

7. Проанализировать полученные значения HV для разных видов сплавов. Сравнить полученные значения с данными, приведенными в приложении 5. Сделать вывод о влиянии содержания углерода на структуру и твердость стали.

8. Пользуясь рисунком 5, вывести формулу для вычисления глубины отпечатка и определить среднюю глубину отпечатка ( $t$ ) для тех исследуемых образцов, для которых получено наибольшее и наименьшее значение числа твердости.

Таблица 2

### Расчет чисел микротвердости

Номер шлифа					
Нагрузка $P =$ г.					
№	$d_1$ , дел.	$d_2$ , дел.	$d_{cp}$ , дел.	$d_{cp}$ , МКМ	$HV$
1					
2					
3					
4					
5					
$HV_{cp} =$					
Нагрузка $P =$ г.					
№	$d_1$ , дел.	$d_2$ , дел.	$d_{cp}$ , дел.	$d_{cp}$ , МКМ	$HV$
1					
2					
3					
4					
5					
$HV_{cp} =$					
Нагрузка $P =$ г.					
№	$d_1$ , дел.	$d_2$ , дел.	$d_{cp}$ , дел.	$d_{cp}$ , МКМ	$HV$
1					
2					
3					
4					
5					
$HV_{cp} =$					



9. Оформить отчет по лабораторной работе (прил. 6). Пользуясь списком вопросов для самоконтроля, подготовиться к защите отчета.

### 1.4. Лабораторная работа № 9. Определение микротвердости керамических материалов

Цель работы: получить практические навыки определения микротвердости керамики.

**Ход работы:**

1. Изучить устройство микротвердомера ПМТ-3.
2. Получить от преподавателя шлифы для проведения измерений.
3. Рассмотреть поверхность микрошлифа и выбрать первый участок поверхности, на который будет поставлен отпечаток.
4. При двух разных нагрузках выполнить индентирование (пять раз при каждой нагрузке). Измерить диагонали отпечатков ( $d_1$  и  $d_2$ ) и вычислить их среднее арифметическое значение ( $d_{cp}$ ) в микрометрах. Результаты измерений занести в таблицу 3.

Таблица 3

**Расчет чисел микротвердости**

Номер шлифа					
Нагрузка $P =$ г.					
№	$d_1$ , дел.	$d_2$ , дел.	$d_{cp}$ , дел.	$d_{cp}$ , МКМ	$HV$
1					
2					
3					
4					
5					
$HV_{cp} =$					

5. Рассчитать число микротвердости по формуле (12). Оценить погрешность измерений (прил. 4).

6. Оформить отчет по лабораторной работе (прил. 6).

### 1.5. Лабораторная работа № 10. Исследование микроструктуры сварного соединения

Цель работы: исследовать особенности микроструктуры сварного соединения.

По способу соединения свариваемых частей изделия различают сварку плавлением и сварку давлением. При сварке плавлением происходят термические процессы — нагрев и охлаждение, а также металлургические — плавление и кристаллизация. Образование сварного соединения начинается с нагрева и расплавления основного металла и металла электрода. Образуется сварочная ванна жидкого металла. Одновременно с ее образованием происходит нагрев околошовной зоны основного металла. В верхней части металла шва кристаллиты имеют ветвистую структуру, дендритное строение. В нижней части шва образуются более мелкие столбчатые кристаллы. Литая структура шва обладает меньшей прочностью и большей хрупкостью, по сравнению с основным металлом. Зона термического влияния в основном металле, начинающаяся за металлом шва, отделяется от него границей сплавления. Таким образом, в сварном соединении выделяют три зоны: зону наплавленного металла сварного шва, зону термического влияния и зону основного металла [14]. Каждая из этих зон имеет свою микроструктуру.

Размеры зоны термического влияния зависят не только от свойств свариваемого металла, но и от способа и режима сварки. Размеры всей зоны термического влияния, а также размеры и структура отдельных частей зоны зависят от максимальных температур нагрева и скоростей охлаждения. Рассмотрим строение зоны термического влияния сварного соединения низкоуглеродистой стали (рис. 12) [15].



Рис. 12. Строение зоны термического влияния сварного соединения низкоуглеродистой стали [15]

В зоне термического влияния можно выделить шесть участков. Первый участок — *участок неполного расплавления*. Этот участок имеет крупнозернистую структуру. Свойства этого участка определяют свойства сварного шва. Здесь могут наблюдаться дефекты в виде неметаллических включений, поры, трещины.

На участке перегрева (второй участок) металл нагревается до 1500 °С. Структура участка — крупнозернистая, поэтому данный участок обладает низкой пластичностью и низкой ударной вязкостью.

Мелкокристаллитное строение и хорошие механические свойства характерны для третьего участка — участка нормализации (перекристаллизации). Такое строение типично для сталей, нагреваемых несколько выше температур, соответствующих критической точке  $A_{c3}$  с охлаждением на воздухе.

Четвертый участок — участок неполной перекристаллизации — нагревается до температур в интервале от  $A_{c1}$  до  $A_{c3}$ . Этот участок образован мелкими, по сравнению с исходными, зёрнами феррита и перлита, которые образовались в результате перекристаллизации.

Участок рекристаллизации (участок пять) не характерен для материалов, не подвергавшихся перед сваркой холодной пластической деформации. Если же такая обработка была проведена, то на участках, нагревавшихся ниже температур  $A_{c1}$ , будут происходить структурные превращения: на месте деформированных зёрен будут расти новые равноосные зёрна, в некоторых случаях будет наблюдаться укрупнение зёрен. Эти процессы происходят при температуре рекристаллизации [1].

Участок шесть — участок старения (участок синеломкости) — соответствует интервалу температур 200—500 °С. Структура участка близка к структуре основного металла. Нагрев до 200—400 °С может приводить к снижению ударной вязкости стали, снижению пластичности материала (синеломкость).

Описанные выше общие закономерности строения сварного соединения позволяют сделать вывод о различии механических свойств зон и участков соединения в виду структурной неоднородности. Структурная неоднородность может быть частично устранена путем термической обработки.

**Ход работы:**

1. Изучить устройство микроскопа.
2. Получить от преподавателя образец сварного соединения.
3. Без микроскопа рассмотреть макроструктуру сварного соединения. Определить форму и размеры шва, глубину проплавления. Зарисовать макроструктуру. Определить дефекты, которые можно наблюдать невооруженным глазом (непровары, трещины, шлаковые включения и т. д.).
4. Подобрать увеличение микроскопа таким образом, чтобы можно было изучить микроструктуру наплавленного металла и характерных участков зоны термического влияния.
5. Рассмотреть характерные зоны сварного соединения. Сделать рисунки микроструктуры, поясняющие подписи.
6. Определить структурные составляющие. По микроструктуре определить содержание углерода в шве и в основном металле.
7. С помощью микротвердомера ПМТ-3 провести измерение микротвердости в поперечном направлении сварного соединения. Результаты измерений занести в таблицу (табл. 4). Построить график распределения микротвердости по сечению сварного соединения.

Таблица 4

**Расчет чисел микротвердости по сечению сварного соединения**

		Нагрузка $P =$ г.				
Наименование зоны	№	$d_1$ , дел.	$d_2$ , дел.	$d_{cp}$ , дел.	$d_{cp}$ , мкм	$HV$
Металл шва	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
Участки зоны термического влияния	1					
	2					
	3					
Зона основного металла	1					
	2					
	3					
	4					
	5					

8. Оформить отчет по лабораторной работе (см. прил. 6). В отчете дать ответы на следующие вопросы:
  1. Опишите зоны сварного соединения.
  2. От чего зависит строение сварного соединения?
  3. Опишите строение зоны термического влияния. Чем объясняются особенности строения зоны? От чего зависит размер этой зоны?

## ГЛАВА 2. ЛЮМИНЕСЦЕНТНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

### 2.1. Краткие теоретические сведения

*Люминесценцией* называют нетепловое свечение вещества, происходящее вследствие передачи этому веществу некоторой энергии. Способы возбуждения люминесценции разнообразны: воздействие излучения, электрического поля, инжекция носителей заряда, химические реакции в объеме вещества или на его поверхности и многое другое. Явление люминесценции в общем случае объясняется переходом электрона в веществе из состояния с высокой энергией в низкоэнергетическое с выделением при этом разностной энергии в виде фотона.

Наиболее хорошо изучена и находит широкое практическое применение люминесценция в твердотельных материалах, к которым применимы понятия зонной теории полупроводников. Наличие запрещенной энергетической зоны шириной  $E_g$  при достаточно высокой концентрации электронов в зоне проводимости определяет характерный вид спектра люминесценции в виде широкого гауссова пика (в шкале энергий) с максимумом вблизи  $E_g$ . Рекомбинация электронов и дырок вблизи  $p$ - $n$ -перехода (при его прямом смещении) для легированных широкозонных полупроводников приводит к появлению электролюминесценции. Это явление лежит в основе работы разнообразных светодиодов и оптоэлектронных устройств.

Более сложную форму имеют спектры люминесценции, связанные с переходами между разрешенными зонами и энергетическими уровнями примесных атомов, находящимися в запрещенной зоне полупроводника, а также между энергетическими уровнями внутри примесных атомов либо дефектов структуры (так называемая внутрицентровая люминесценция). В этом случае обычно наблюдаются спектры, состоящие из нескольких достаточно узких линий, соответствующих различным примесным центрам. Даже относительно небольшое количество примеси (например, в миллионы раз меньше числа атомов исходного вещества) может дать уверенно регистрируемый спектр люминесценции, анализируя который, можно определить наличие примесей либо дефектов в исследуемом материале, а в случае хорошо апробированной люминесцентной методики можно контролировать и количество каждой из примесей. Это дает возможность эффективно использовать люминесцентный анализ в научных и технологических лабораториях.

Люминесценция органических соединений также может быть объяснена излучательной рекомбинацией возбужденного состояния электрона в молекуле, т. е. его переходом с высокоэнергетического уровня (LUMO — lowest unoccupied molecular orbital) в основное состояние (НОМО — highest occupied molecular orbital). В органических материалах часто наблюдается переход электронной подсистемы молекулы из неустойчивого синглетного состояния (с параллельными спинами неспаренных электронов, находящихся на разных энергетических уровнях, и с более высокой энергией возбужденного энергетического уровня) в устойчивое триплетное (с антипараллельными спинами электронов и с меньшей энергией). Фотолюминесценцию молекулы в синглетном состоянии часто называют *флуоресценцией*, в триплетном — *фосфоресценцией*. Время фосфоресценции может измеряться часами и днями, поэтому такие органические люминофоры очень часто применяют в декоративных целях или в индикаторах приборов (например, светящаяся в темноте стрелка компаса). Способом возбуждения такой люминесценции обычно является воздействие света с энергией квантов больших чем энергия НОМО-LUMO перехода в молекуле в синглетном состоянии.

Отдельного внимания заслуживает люминесценция наноструктур. В случае полупроводниковых наночастиц наблюдается зависимость энергии максимума люминесцентного пика от диаметра частицы: чем меньше размер частицы, тем выше энергия люминесцентных квантов. В этом случае мы имеем дело с эффектом изменения положения и энергетической плотности уровней энергии, соответствовавших состояниям в валентной зоне и зоне проводимости соответствующего монокристаллического полупроводника: иными словами, происходит уширение запрещенной энергетической зоны, что и определяет изменение энергии люминес-

центных квантов. Наблюдаемый при нормальных условиях весьма широкий пик (с полушириной  $\sim 100$  нм) обусловлен статистическим распределением размеров частиц и их люминесцентной активности.

Соотношение, описывающее люминесцентные свойства квантовых точек сферической формы с точки зрения изменения ширины запрещенной зоны, можно представить следующим образом:

$$E_{eh} = E_{g \text{ bulk}} + \frac{h^2}{8r^2} \left( \frac{\xi_{n_e}^2}{m_e^*} + \frac{\xi_{n_h}^2}{m_h^*} \right) - \frac{e^2}{2\epsilon r}.$$

Здесь  $E_{g \text{ bulk}}$  — ширина запрещенной зоны соответствующего материала в макроскопическом размере,  $\xi_n$  — корни  $n$ -го порядка функции Бесселя,  $r$  — радиус наночастицы,  $h$  — постоянная Планка,  $e$  — элементарный заряд электрона,  $m_e^*$  и  $m_h^*$  — эффективные массы электрона и дырки соответственно,  $\epsilon$  — диэлектрическая проницаемость материала. Последнее слагаемое определяет вклад кулоновского взаимодействия между электроном и дыркой в наночастице.

Рассмотрим еще один пример изменения люминесцентных свойств материала при переходе к наноразмерному состоянию: монокристаллический кремний, имеющий ширину запрещенной зоны  $\sim 1.12$  эВ (при комнатной температуре), практически не люминесцирует, поскольку для него прямые (с сохранением импульса) межзонные излучательные переходы запрещены. Однако для кремниевых наночастиц изменение их зонной структуры приводит к увеличению вероятности прямых межзонных излучательных переходов, поэтому кремниевые наночастицы светятся в видимой области спектра [17].

Люминесценции кремниевых наночастиц сопутствует уменьшение интенсивности свечения со временем, если наночастицы находятся на воздухе, и на них воздействует, например, ультрафиолетовое (УФ) излучение либо высокая температура. Объясняется это изменением состава адсорбционного покрова поверхности наночастиц. Атомы на поверхности могут иметь энергетические уровни внутри запрещенной зоны энергий, и в таком случае вместо зонной излучательной рекомбинации будет происходить рекомбинация электрона и дырки через такой уровень безызлучательным образом. Приток энергии извне стимулирует различного рода реакции на поверхности кремниевых наночастиц, что, помимо формирования дефектов, может приводить к постепенному окислению кремниевых наночастиц. А это со временем приводит к полному исчезновению люминесценции.

Для уменьшения эффектов деградации люминесценции полупроводниковых наночастиц требуется прежде всего уменьшить вклад рекомбинационного канала по поверхностным дефектам. Для этого разработаны технологии инкапсуляции полупроводниковой наночастицы в оболочку из другого полупроводника, имеющего более широкую запрещенную энергетическую зону. В этом случае наличие потенциального барьера препятствует переходу электрона и дырки на поверхностные состояния, и вероятность излучательной рекомбинации возрастает. По такому принципу, в частности, производят наночастицы CdSe с высоким квантовым выходом люминесценции, которые заключают в стабилизирующую оболочку из ZnS.

Иногда материалы, имеющие в своем составе один и тот же химический элемент, обладают совершенно различным набором физических и химических свойств. Возьмем для примера углерод в виде алмаза и рассмотрим его люминесцентные свойства.

Алмаз, как красивейший из самородных минералов и один из самых твердых технических материалов, обладает характерным люминесцентным спектром, состоящим из нескольких максимумов. Видимая фотолюминесценция в алмазах обусловлена в первую очередь наличием в них дефектов, которые создают дополнительные энергетические уровни в запрещенной зоне алмаза ( $E_g = 5.49$  эВ при комнатной температуре). Известно несколько типов примесных дефектов, связанных с внедрением азота в кристаллическую решетку и определяющих основные оптические свойства алмаза, в том числе (рис. 13):

1. Дефект  $N_3V$  образуется тремя атомами азота, замещающими углерод в решетке алмаза, которые образуют треугольник в плоскости (111), плюс одна вакансия вблизи них. Длина волны люминесценции для данного типа дефектов 415 нм (2.985 эВ). Алмазы с большой концентрацией дефектов данного типа окрашены в желтый цвет.

2. Дефект  $N_3$  (503 нм, 2.465 эВ) — два атома азота и вакансия рядом с ними. Для таких типов дефектов характерна зеленоватая окраска алмаза и желтая люминесценция.

3. Дефект  $N_4$  (496 нм) — совокупность двух вакансий и четырех атомов азота.

4. Дефекты  $NV$  (575 и 637 нм) — вакансия, захваченная С-центром (один атом азота плюс вакансия), в нейтральном и отрицательном зарядовом состоянии. Алмазы с этими дефектами имеют красную окраску различной интенсивности и оттенков.

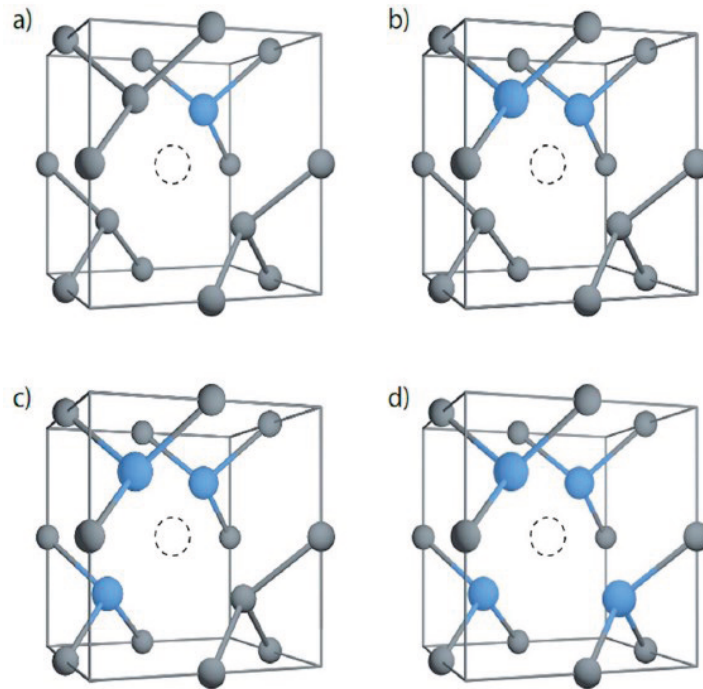


Рис. 13. Структура дефектов  $N_nV$  ( $n$  атомов азота возле вакансии) в алмазе: а)  $NV$ -центр, один атом азота; б)  $N_2V$  дефект в плоскости (110); в)  $N_3V$  дефект; д)  $N_4V$  дефект [17]

Цветная окраска характерна для алмазов естественного происхождения, искусственные алмазы (фианиты) имеют бездефектную структуру и люминесцируют слабо. Набор и концентрация таких дефектов отражает различные процессы, происходящие в самородных алмазах в процессе их роста и выхода на поверхность Земли.

Другие материалы, состоящие из углерода, имеют иную структуру и иные оптические свойства. Графит, например, не люминесцирует, равно как не светятся и такие хорошо известные углеродные наноструктуры, как фуллерены, нанотрубки, графен. Это связано с очень узкой шириной запрещенной зоны (либо с отсутствием таковой) в упомянутых веществах. В то же время простыми экспериментальными методами были получены определенные виды углеродных наночастиц, достаточно разнообразных по своему строению, но обладающих фотолюминесценцией в видимой области спектра. При этом, как и для полупроводниковых наночастиц, для углеродных квантовых точек наблюдается зависимость энергии люминесцентных квантов как от размера частицы, так и от длины волны возбуждающего света [18]. В общем случае такую люминесценцию объясняют появлением новых энергетических состояний, связанных с наличием излучающих примесей на поверхности этих наночастиц (в первую очередь, это карбонильные и карбоксильные группы). Известны и другие гипотезы, объясняющие это физическое явление [19].

## 2.2. Вопросы для самоконтроля

1. Что собой представляет и как объясняется люминесценция алмазов?
2. Что собой представляет и как можно объяснить люминесценцию кремниевых наночастиц?
3. Как можно объяснить и где можно использовать люминесценцию органических молекул?

## 2.3. Лабораторная работа № 11. Изучение люминесцентных свойств алмазов

Цель работы: 1) получить представление о фотолюминесцентных свойствах алмазов; 2) освоить работу с люминесцентным микроскопом, используемым для регистрации видимых и люминесцентных изображений поверхности исследуемых образцов; 3) освоить работу со спектральным комплексом, используемым для измерения спектров люминесценции исследуемых образцов.

### Краткое описание экспериментального оборудования

#### 1. Люминесцентный микроскоп

В данной работе используется микроскоп «Микмед-2.16» производства ОАО «ЛОМО». Его основное назначение — наблюдение флуоресцирующих объектов при освещении сверху через объектив и в проходящем свете при исследовании поглощающих объектов. Диапазон увеличения микроскопа — от 40 до 1000 крат. Спектральный диапазон возбуждения люминесценции 330—560 нм, исследуемой люминесценции — 515—700 нм. Общее устройство микроскопа показано на рисунке 14.

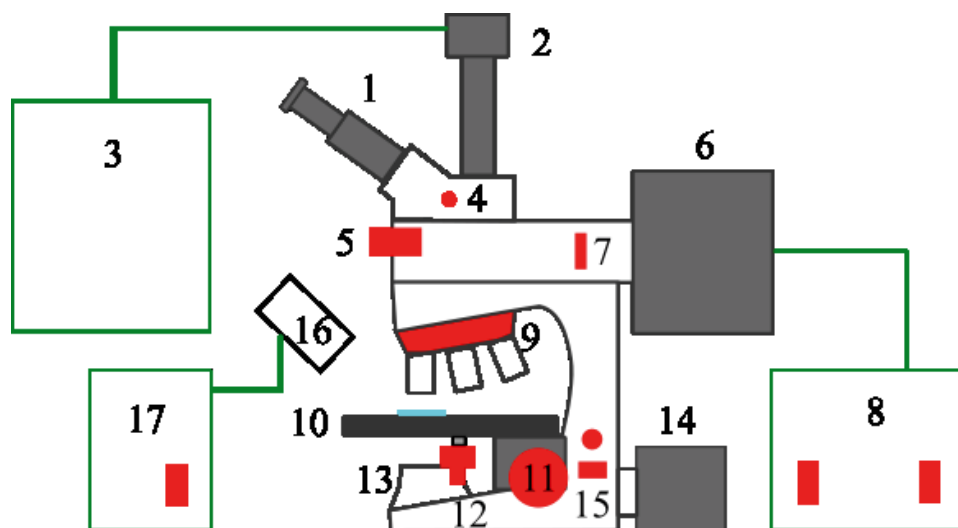


Рис. 14. Схема управления эпи-флуоресцентным микроскопом «Микмед-2.16». Нумерация объяснена в тексте

Изображение объекта исследования визуализируется через окуляры (1) или через HD-камеру (2), связанную через USB-интерфейс с компьютером (3). Программное обеспечение позволяет снимать статические изображения или видео с данной камеры с несколькими вариантами разрешения. Переключение между окулярами и камерой производится выдвигаемым штоком (4), имеющим три фиксированных положения. В среднем положении изображение проецируется одновременно на камеру и окуляры. С помощью вращающейся турели с набором объективов (9) можно выбрать необходимое увеличение.

Освещение объектов для возбуждения люминесценции производится через объектив, при этом в качестве источника света используется ртутная лампа (6) с блоком питания (8). Шторка (7) служит для перекрытия потока излучения ртутной лампы в оптическую систему микроскопа. В объектив световой поток направляется через светоделительный фильтр, люминесцентный сигнал также проходит через фильтр перед попаданием в окуляр. Соответствующие блоки фильтров переключаются колесом (5).

Предметный столик (10) с закрепленным на нем объектом исследования может перемещаться в вертикальной плоскости для настройки резкости изображения с помощью спаренных верньеров (11, для грубого и точного перемещения соответственно) и в горизонтальной плоскости с помощью спаренных ручек (12, для продольного и поперечного хода).

Микроскоп может работать в обычном режиме освещения объекта видимым светом. В первом варианте это подсветка с помощью галогенной лампы (14), которая включается и регулируется по яркости с помощью ручек (15). Свет от лампы через систему линз конденсора (13) фокусируется на образце снизу, через предметное стекло. Во втором варианте используется подсветка сверху с помощью светодиодной лампы (16), работающей от блока питания (17).

## 2. Спектральный люминесцентный комплекс

Спектральный комплекс на базе светосильного монохроматора МДР-23 со сменными дифракционными решетками предназначен для исследования люминесцентных свойств материалов в диапазоне от 200 до 2000 нм. Схема комплекса представлена на рисунке 15.

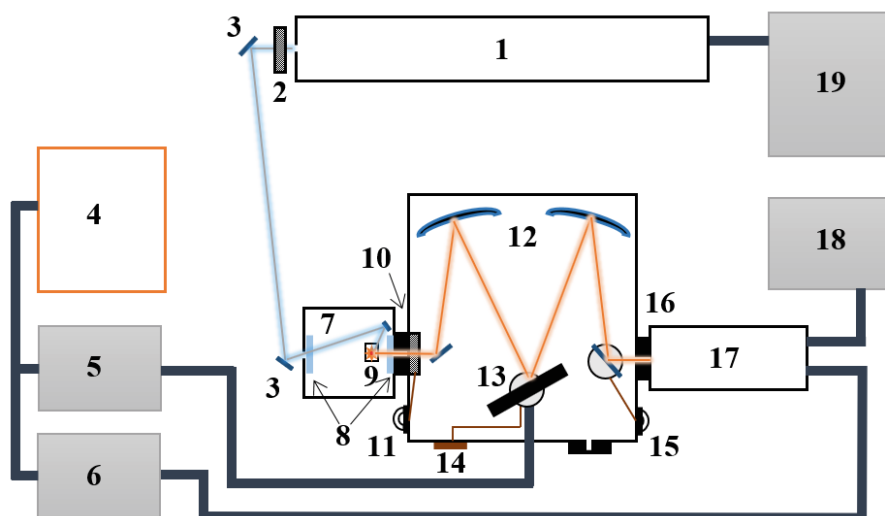


Рис. 15. Структурная схема установки для измерения спектров люминесценции. Нумерация объяснена в тексте

В качестве основного источника возбуждения фотолюминесценции используется непрерывный He-Cd ультрафиолетовый лазер (1) с длиной волны 325 нм и мощностью пучка 15 мВт. Излучение от лазера через шторку (2) и через систему зеркал (3) направляется в защищенную от видимого света измерительную камеру (7), где проходит через ультрафиолетовый светофильтр (8, слева) и падает на образец (9). Возбуждение люминесценции можно осуществлять и другими способами, однако в данной работе применяется только фотовозбуждение.

Люминесцентный сигнал от образца (9) через сменный светофильтр (8, справа) и через входную щель монохроматора (10) попадает на систему зеркал монохроматора (12) и дифракционную решетку (13), где и происходит пространственное разделение светового пучка в спектр. Через поворотное зеркало монохроматический пучок попадает на выходную щель монохроматора (16), к которой пристыковано входное окно ФЭУ — фотоэлектронного умножителя (17). Ручка (11) управляет положением шторки монохроматора, открывая или закрывая входную щель. Ручка (15) управляет положением системы поворотных зеркал и изменять ее позицию при выполнении лабораторной работы не следует.



Сканирование по спектру осуществляется поворотом дифракционной решетки (13) вокруг своей оси с помощью шагового двигателя с системой редукторов. Текущее положение решетки (в нанометрах) показывается на индикаторе (14). Работой шагового двигателя управляет плата микроконтроллера Arduino Uno в блоке управления (5).

ФЭУ (17) является устройством, преобразующим падающий на него поток излучения в электрический ток. В данной установке непосредственно на выходе ФЭУ стоит усилитель-дискриминатор, который выдает последовательность импульсов со скоростью, пропорциональной току ФЭУ. Это позволяет решить проблему с регистрацией как очень малого, так и очень интенсивного светового излучения без переключения диапазонов измерительного устройства. Для регистрации импульсного сигнала используется плата (6) сбора данных NI PCI 6250, в которой задействован 32-разрядный счетчик импульсов. Устройства (5) и (6) управляются компьютером (4) с программой на языке Python, реализующей пользовательский интерфейс. Высоковольтные блоки питания (18) и (19) обеспечивают работу ФЭУ и лазера соответственно, самостоятельные изменения в настройках этих блоков недопустимы.

### ***Ход работы:***

#### **Часть 1. Работа с микроскопом**

1. Изучить устройство и порядок работы с микроскопом МИКМЕД-6, используя инструкцию. Изучить правила техники безопасности при работе с электрооборудованием микроскопа и при работе с невидимым ультрафиолетовым излучением.

2. Получить от преподавателя набор образцов для исследований, содержащий кристаллы алмаза естественного происхождения, искусственного алмаза (фианита) и корунда.

3. Для каждого из образцов необходимо сделать снимки кристалла при освещении видимым светом и ультрафиолетом. Для этого:

1) Включить подсветку образца снизу и/или сверху видимым светом. Выключить светофильтр. Работая через окуляры, подобрать увеличение микроскопа и изучить особенности строения кристалла. Переключить изображение на камеру и, используя программу работы с камерой, сделать и сохранить одно или несколько изображений образца.

2) Включить ртутную лампу микроскопа и выключить подсветку видимым светом. Перевести микроскоп в режим регистрации люминесцентного сигнала. Работая через окуляры, подобрать увеличение микроскопа и найти фрагменты образца с наиболее интенсивным свечением, подобрать светофильтр. Переключить изображение на камеру и сохранить одно или несколько изображений образца.

3) На полученные изображения с помощью любого растрового редактора добавить изображения шкалы из набора готовых изображений в соответствии с выбранным для каждого изображения увеличением микроскопа. Изображение шкалы следует накладывать на изображение образца «пиксель в пиксель», без какого-либо масштабирования.

#### **Часть 2. Работа со спектрометром**

1. Изучить устройство и порядок работы со спектральным комплексом на базе монохроматора МДР-23, используя инструкцию. Изучить правила техники безопасности при работе с электрооборудованием установки и при работе с невидимым ультрафиолетовым излучением.

***Включение, настройка и выключение установки производится только преподавателем или инженером.***

2. Перед установкой образца убедиться, что пучок УФ-лазера перекрыт, а заслонка входной щели монохроматора закрыта. Установить использованный ранее образец природного алмаза в измерительную камеру, закрыть крышку камеры. Открыть входную и выходную щели монохроматора на 1.5 мм. В программе управления задать режим сканирования спектров в диапазоне от 380 до 850 нм с шагом 5 нм. Время накопления сигнала брать не менее

1 с. Открыть пучок УФ-лазера и заслонку входной щели монохроматора и запустить режим сканирования спектров.

3. Процесс измерения спектров в монохроматорах с механическим поворотом дифракционной решетки занимает длительное время. Необходимо убедиться, что интенсивность сигнала превышает фоновое значение (более 10 импульсов на точку), в противном случае процедуру измерения следует прервать и обратиться за помощью к преподавателю. Полученный спектр люминесценции следует сохранить с помощью соответствующей опции программы управления.

4. Провести измерение люминесцентных спектров для всех исследуемых образцов. Сохранить результаты.

5. Полученные экспериментальные данные следует представить в виде графиков на одном поле. По оси абсцисс должна быть отложена энергия в электронвольтах; пересчетная формула: {значение (эВ)} = 1241/{измеренное значение (нм)}. По оси ординат — интенсивность сигнала в импульсах. Для каждого образца следует определить и указать в отчете: количество пиков на спектре люминесценции, их интенсивность (в импульсах), местоположение (в эВ) и полуширину (ширину на половине высоты, в эВ). Если определение параметров отдельных пиков в спектре вызывает трудности (см. рис. 16), следует воспользоваться алгоритмом разбиения спектров на гауссовы пики, описание которого вместе с кодом программы приведено в [20].

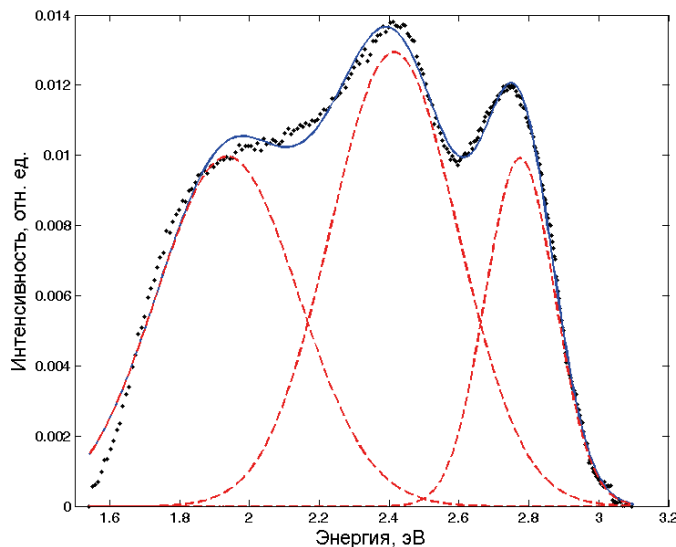


Рис. 16. Спектр фотолюминесценции природного алмаза. Точки — экспериментальные данные, пунктирные линии — результат оптимального разбиения на гауссовы пики, синяя кривая — сумма гауссовых пиков

6. Отчет по лабораторной работе оформить в электронном виде как документ Microsoft Word. При оформлении отчета по лабораторной работе руководствуйтесь требованиями к оформлению, приведенными в приложении 6. Отчет должен содержать полноцветные изображения и графики, а также ответы на следующие вопросы:

1) Совпадают ли позиции люминесцентных пиков на экспериментальных спектрах люминесценции природного алмаза с теоретическими данными об энергии высвечивания азотсодержащих дефектов в алмазе? Какие именно дефекты дают наблюдаемые пики?

2) Отличается ли спектр люминесценции фианита от люминесценции природного алмаза? Чем могут быть обусловлены эти отличия?

3) Люминесцирует ли корунд? Можно ли отличить три типа исследованных кристаллов по изображениям с электронного микроскопа при освещении видимым светом? А по спектрам люминесценции?

## 2.4. Лабораторная работа № 12. Исследование люминесценции квантовых точек

Цель работы: 1) измерить и сравнить между собой спектры фотолюминесценции наночастиц кремния и углеродных наночастиц; 2) исследовать явление деградации люминесцентного сигнала наночастиц при ультрафиолетовом воздействии; 3) освоить работу со спектральным комплексом, используемым для измерения спектров люминесценции исследуемых образцов.

### Краткое описание экспериментального оборудования

Схема установки для измерения спектров и кинетик фотолюминесценции на базе линзового спектрографа SL 100M компании *Sol Instruments* приведена на рисунке 17. Диапазон длин волн спектрографа 360—1200 нм, точность установки длины волны 1 нм.

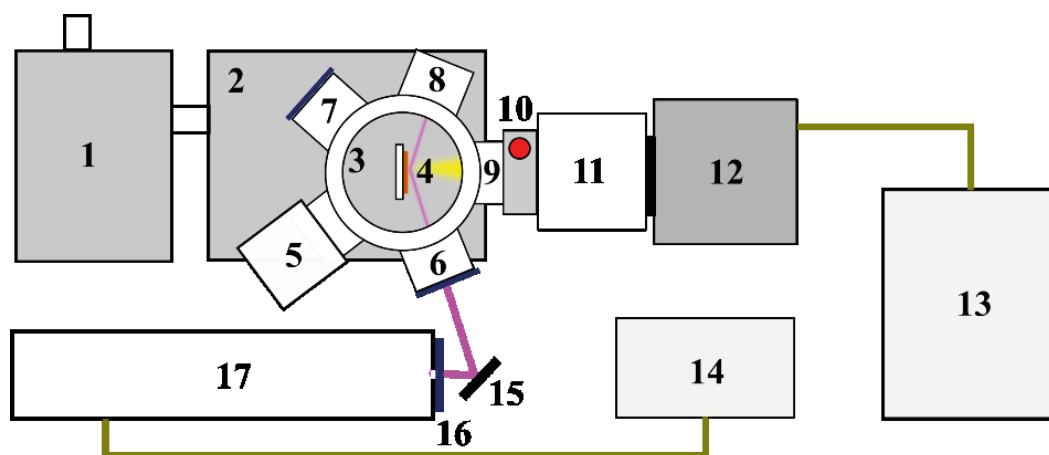


Рис. 17. Структурная схема установки для измерения спектров люминесценции. Нумерация объяснена в тексте

Возбуждение люминесценции осуществляется непрерывным He-Cd ультрафиолетовым лазером (17) с длиной волны 325 нм и мощностью пучка 17 мВт. Управление лазером осуществляется блоком питания (14). Излучение лазера через полосовой фильтр (16) и зеркало (15) через входное окно (6) направляется на образец, закрепленный на держателе (4) в измерительной камере (3). Воздух из камеры при необходимости может быть откачан до состояния высокого вакуума с помощью турбомолекулярного насоса (2), на выход которого установлен форвакуумный насос (1). Напуск воздуха обратно в камеру осуществляется электромагнитным клапаном (5). Контроль уровня вакуума осуществляется вакуумметром, подключаемым к окну (8). Контроль освещения образца в камере осуществляется через окно (7). Металлический держатель (4) может нагреваться с помощью закрепленного на нем резистивного нагревателя или охлаждаться с помощью внешней криогенной системы (на рисунке не показаны, в работе не используются).

Люминесцентный сигнал от образца через выходное окно (9) попадает на регулируемую входную щель (10) спектрографа SL 100M (11), в котором происходит разложение излучения в спектр. Спектральная полоса проецируется на CCD-матрицу в камере (12), предварительно охлажденную с помощью Пельтье-холодильника до  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Прием информации с CCD-матрицы и управление режимом охлаждения осуществляется программой управления, запущенной на компьютере (13).

### **Ход работы:**

1. Изучить устройство и порядок работы со спектральным комплексом, используемым для измерения спектров люминесценции, используя инструкцию. Изучить правила техники безопасности при работе с электрооборудованием комплекса и при работе с невидимым ультрафиолетовым излучением. Запуск и настройку комплекса осуществляет преподаватель или инженер. **Самостоятельно изменять аппаратные настройки комплекса и программы управления запрещено.**

2. Получить от преподавателя набор образцов для проведения исследований. Каждый образец представляет собой кремниевую пластину, на полированную поверхность которой методом капельного нанесения из спиртовых суспензий с последующим выпариванием растворителя высажены наночастицы. Массу квантовых точек во всех образцах полагаем одинаковой.

3. Измерение спектров фотолюминесценции удобнее начать с образца с кремниевыми наночастицами. Полностью закройте входную щель спектрографа, установите образец в держатель, поместите держатель в измерительную камеру так, чтобы риски на крышке держателя и на внешней стороне камеры совпали. Зафиксировав крышку камеры, откачайте воздух из измерительной камеры, используя только форвакуумный насос. Остаточное давление воздуха должно быть не более 10 Па. С помощью программы управления комплексом последовательно проводите измерения спектров люминесценции, постепенно открывая входную щель. Оптимальное значение интенсивности сигнала — 60 000 усл. ед. Не открывайте щель слишком быстро и широко — высокая интенсивность входного сигнала может вывести CCD-матрицу из строя. Добившись оптимальной интенсивности сигнала, определите по лимбу и запишите ширину щели. Сохраните полученный спектр.

4. Для выяснения факта деградации люминесцентного сигнала при УФ-воздействии подождите 5 минут, затем повторно снимите спектр и сохраните его. Напустите воздух в измерительную камеру. Вновь оставьте образец на 5 минут под действием УФ-излучения, затем снимите спектр люминесценции и сохраните третий результат.

5. Закройте входную щель, замените образец на углеродные наночастицы. Откройте щель до значения, определенного в предыдущих экспериментах, снимите спектр люминесценции и сохраните результат. Оставьте образец на 5 минут под УФ-излучением, затем повторно снимите спектр и сохраните его.

6. Обработайте полученные результаты экспериментов. Для каждого образца постройте графики люминесцентных спектров в шкале электронвольт для исходного состояния образца и после УФ-воздействия, определите местоположение, интенсивность и полуширину люминесцентных пиков. Сделайте вывод, для каких образцов деградация люминесцентного сигнала выражена наиболее сильно. Влияет ли атмосфера на деградацию люминесценции кремниевых наночастиц? В чем физические причины изменения люминесцентных свойств наночастиц различных материалов при воздействии УФ-излучения?

7. Сравните интенсивности, местоположения и полуширины пиков для исследованных образцов. Покажите сводный график со спектрами в исходном состоянии образцов. Что можно сказать об эффективности люминесценции этих материалов? Можно ли опередить наиболее вероятный размер наночастиц по полученным спектрам? Приведите ваш алгоритм расчета диаметра люминесцирующих наночастиц для кремниевых наночастиц, используя табличные значения для монокристаллического кремния.

8. Оформите отчет по лабораторной работе в электронном виде как документ Microsoft Word. При оформлении отчета по лабораторной работе руководствуйтесь требованиями к оформлению, приведенными в приложении 6.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Логинова С. В.* Лабораторный практикум по оптической микроскопии и ИК-спектроскопии : учебное-методическое электронное пособие / С. В. Логинова, В. Б. Пикулев. — Петрозаводск : Издательство ПетрГУ, 2020.
2. *Лахтин Ю. М.* Металловедение и термическая обработка металлов. — Москва : Металлургия, 1983. — 360 с.
3. Механические испытания материалов : лабораторный практикум / сост.: А. Г. Кипарисов, А. А. Миронов Н. Н. Михеев, А. Е. Жуков ; предисловие и введение Ю. В. Глявина ; Нижегород. гос. техн. ун-т. — Нижний Новгород, 2004. — 81 с.
4. *Гуляев А. П.* Металловедение : учебник для вузов. — 6-е изд., перераб. и доп. — Москва : Металлургия, 1986. — 544 с.
5. *Лившиц Б. Г.* Физические свойства металлов и сплавов / Б. Г. Лившиц, В. С. Крапошин, Я. Л. Линецкий. — Москва : Металлургия, 1980. — 320 с.
6. Материаловедение : учебник для высших технических учебных заведений / Б. Н. Арзамасов, И. И. Сидорин, Г. Ф. Косолапов. — 2-е изд., испр. и доп. — Москва : Машиностроение, 1986. — 384 с.
7. *Солнцев Ю. П.* Материаловедение : учебник / Ю. П. Солнцев, Е. И. Пряхин ; под ред. Ю. П. Солнцева. — 7-е изд. — Санкт-Петербург : Химиздат, 2020. — 784 с.
8. *Колесов С. Н.* Материаловедение и технология конструкционных материалов : учебник для вузов / С. Н. Колесов, И. С. Колесов. — 2-е изд., испр. и доп. — Москва : Высшая школа, 2007. — 535 с.
9. *Плохов А. В.* Определение механических свойств материалов : учебное пособие / А. В. Плохов, А. И. Попелюх, Н. В. Плотникова ; Новосибирский государственный технический университет. — Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2018. — 119 с.
10. *Плохов А. В.* Физические и механические свойства материалов : учебник / А. В. Плохов, А. И. Попелюх, Н. В. Плотникова ; Новосибирский государственный технический университет. — Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2018. — 342 с.
11. Марочник сталей и сплавов / сост.: А. С. Зубченко [и др.] ; под ред. А. С. Зубченко. — 2-е изд., перераб. и доп. — Москва : Машиностроение, 2003. — 784 с.
12. *Григорович В. К.* Твердость и микротвердость металлов / В. К. Григорович ; Академия наук СССР, Институт металлургии им. А. А. Байкова. — Москва : Наука, 1976. — 230 с.
13. *Болховитинов Н. Ф.* Атлас макро- и микроструктур металлов и сплавов / Н. Ф. Болховитинов, Е. Н. Болховитинова. — МАШГИЗ, 1959. — 88 с.
14. *Михайлицын С. В.* Основы сварочного производства : учебник / С. В. Михайлицын, М. А. Шекшеев. — Москва ; Вологда : Инфра-Инженерия, 2019. — 261 с.
15. *Солнцев Ю. П.* Технология конструкционных материалов : учебник / Ю. П. Солнцев, Ю. П. Ермаков, В. Ю. Пирайнен. — 5-е изд. — Санкт-Петербург : Химиздат, 2020. — 504 с.
16. *Асланов Л. А.* Нанокремний: свойства, получение, применение, методы исследования и контроля / Л. А. Асланов, Г. В. Фетисов, А. А. Ищенко. — Москва : Физматлит, 2011. — 648 с.
17. Nitrogen in Diamond / M. N. R. Ashfold, J. P. Goss, B. L. Green, P. W. May, M. E. Newton, C. V. Peaker // Chemical Reviews. — 2020. — Vol. 120 (12). — P. 5745—5794.
18. Люминесцентные углеродные наночастицы: способы получения, методы исследования, области применения / А. А. Кокорина, Е. С. Прихожденко, Г. Б. Сухоруков, А. V. Sapelkin, И. Ю. Горячева // Успехи химии. — 2017. — Vol. 86 (11). — P. 1157—1171.
19. Fluorescent carbon nanomaterials: «quantum dots» or nanoclusters? / M. O. Dekaliuk, O. Viagin, Yu. V. Maluyukin, A. P. Demchenko // Phys. Chem. — 2014. — Vol. 16. — P. 16075—16084.
20. *Пикулев В. Б.* Язык Python в приложении к экспериментальным исследованиям / В. Б. Пикулев, С. В. Логинова. — Петрозаводск : Издательство ПетрГУ, 2019.
21. *Глазов В. М.* Микротвердость металлов и полупроводников / В. М. Глазов, В. Н. Вигдорович. — 2-е изд., испр. и доп. — Москва : Металлургия, 1969. — 248 с.

22. *Зайдель А. Н.* Погрешности измерений физических величин / А. Н. Зайдель. — Ленинград : Наука, 1985. — 112 с.
23. *Тейлор Дж. Р.* Введение в теорию ошибок / Дж. Р. Тейлор ; пер. с англ. П. Г. Деденко. — Москва : Мир, 1985. — 272 с.
24. ГОСТ 380-2005. Сталь углеродистая обыкновенного качества : межгосударственный стандарт. — Москва : Стандартиформ, 2009. — 11 с.
25. Справочник по конструкционным материалам : справочник / Б. Н. Арзамасов, Т. В. Соловьева, С. А. Герасимов и др. ; под ред. Б. Н. Арзамасова, Т. В. Соловьевой. — Москва : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2005. — 640 с.
26. ГОСТ 1050-2013. Металлопродукция из нелегированных конструкционных качественных и специальных сталей : межгосударственный стандарт. — Москва : Стандартиформ, 2015. — 38 с.
27. *Осинцев О. Е.* Медь и медные сплавы. Отечественные и зарубежные марки : справочник / О. Е. Осинцев, В. Н. Федоров. — Москва : Машиностроение, 2004. — 336 с.

# ПРИЛОЖЕНИЯ

## Приложение 1

### Перевод чисел твердости [11]

В таблице  $d_{10}$  — диаметр отпечатка по Бринеллю при диаметре шарика 10 мм и испытательной нагрузке 2943 Н;  $HB$  — твердость по Бринеллю;  $HRA$  — твердость по Роквеллу (шкала А, конусный наконечник с общей нагрузкой 588.4 Н);  $HRB$  — (шкала В, сферический наконечник с общей нагрузкой 980.7 Н);  $HRC$  — (шкала С, конусный наконечник с общей нагрузкой 1471 Н);  $HV$  — твердость по Виккерсу при нагрузке 294.2 Н и времени выдержки 10—15 с.

$d_{10}$ , мм	По Бринеллю <i>HB</i>	По Роквеллу			По Виккерсу <i>HV</i>
		<i>HRA</i>	<i>HRC</i>	<i>HRB</i>	
2.55	578	80.1	57.6	—	701
2.60	555	79.2	55.8	—	658
2.65	534	78.3	54.1	—	620
2.70	514	77.4	52.5	—	586
2.75	495	76.5	50.9	—	556
2.80	477	75.7	49.4	—	528
2.85	460	74.9	47.9	—	504
2.90	444	74.1	46.5	—	481
2.95	429	73.3	45.1	—	460
3.00	415	72.6	43.8	—	441
3.05	401	71.9	42.6	—	424
3.10	388	71.2	41.4	—	408
3.15	375	70.6	40.3	—	392
3.20	363	69.8	38.9	—	375
3.25	352	69.4	38.0	—	364
3.30	341	68.8	36.9	—	352
3.35	331	68.2	35.8	—	340
3.40	321	67.7	34.7	—	328
3.45	311	67.2	33.6	—	317
3.50	302	66.7	32.5	—	307
3.55	293	66.2	31.4	—	298
3.60	285	65.7	30.3	—	288
3.65	277	65.3	29.2	—	280
3.70	269	64.8	28.1	—	271
3.75	262	64.3	27.1	—	263
3.80	255	63.8	26.0	—	256
3.85	248	63.3	25.0	—	249
3.90	241	62.8	24.0	99.8	242
3.95	235	62.3	23.0	99.0	235
4.00	229	61.8	22.0	98.2	229
4.05	223	61.3	21.1	97.4	223
4.10	217	60.7	20.1	96.5	217
4.15	212	60.1	19.0	95.5	212
4.20	206	59.6	17.9	94.6	206
4.25	201	59.0	—	93.6	201
4.30	197	58.4	—	92.6	196
4.35	192	57.7	—	91.6	191
4.40	187	57.1	—	90.5	186
4.45	183	56.5	—	89.5	182
4.50	179	55.9	—	88.4	177

## Перевод чисел твердости [11]

$d_{10}$ , мм	По Бриннелю <i>HB</i>	По Роквеллу			По Виккерсу <i>HV</i>
		<i>HRA</i>	<i>HRC</i>	<i>HRB</i>	
4.55	174	55.3	—	87.4	173
4.60	170	54.6	—	86.3	169
4.65	167	54.0	—	85.2	165
4.70	163	53.4	—	84.1	162
4.75	159	52.8	—	83.0	158
4.80	156	52.2	—	81.9	155
4.85	152	51.6	—	80.8	152
4.90	149	51.0	—	79.7	149
4.95	146	50.4	—	78.6	146
5.00	143	—	—	77.4	143
5.05	140	—	—	76.3	140
5.10	137	—	—	75.1	137
5.15	134	—	—	73.9	134
5.20	131	—	—	72.7	131
5.25	128	—	—	71.7	129
5.30	126	—	—	70.2	126
5.35	123	—	—	69.0	123
5.40	121	—	—	67.7	121
5.45	118	—	—	66.4	118
5.50	116	—	—	65.2	116
5.55	114	—	—	63.9	114
5.60	111	—	—	62.6	111
5.65	109	—	—	61.2	109
5.70	107	—	—	59.9	107
5.75	105	—	—	58.6	105
5.80	103	—	—	57.3	103
5.85	101	—	—	56.9	101



*Числа микротвердости при испытании алмазной правильной четырехгранной пирамиды с углом при вершине 136° для нагрузки 100 г [9]*

<i>d</i> , мкм	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	—	—	—	—	—	5149	3784	2897	2289
10	1854	1532	1288	1097	946	824	724	642	572	514
20	464	420	383	350	322	297	274	254	236	221
30	206	193	181	170	160	151	143	135	128	122
40	116	110	105	100	95.8	91.6	87.6	84.0	80.5	77.2
50	74.2	71.3	68.6	66.0	63.6	61.3	59.1	57.1	55.1	53.3
60	51.5	49.8	47.8	46.7	45.3	43.9	42.6	41.3	40.1	39.0
70	37.8	36.8	35.8	34.8	33.9	33.0	32.1	31.3	30.5	29.7
80	29.0	28.3	27.6	26.9	26.3	25.7	25.1	24.5	24.0	23.4
90	22.9	22.4	21.9	21.4	21.0	20.5	20.1	19.7	19.3	18.9
100	18.5	18.2	17.8	17.5	17.1	16.8	16.5	16.2	15.9	15.6
110	15.3	15.1	14.8	14.5	14.3	14.0	13.8	13.5	13.3	13.1
120	12.9	12.7	12.5	12.3	12.1	11.9	11.7	11.5	11.3	11.1
130	11.0	10.8	10.6	10.5	10.3	10.2	10.0	9.88	9.74	9.60

Здесь *d* — диагональ отпечатка.

Для нахождения числа микротвердости при других нагрузках необходимо число, найденное по таблице, умножить на коэффициент, полученный в результате деления использованной нагрузки на 100.

### Основные узлы прибора ПМТ-3 и схема проведения испытаний

На рисунке 18 изображен прибор ПМТ-3, а также указаны его основные узлы [21].

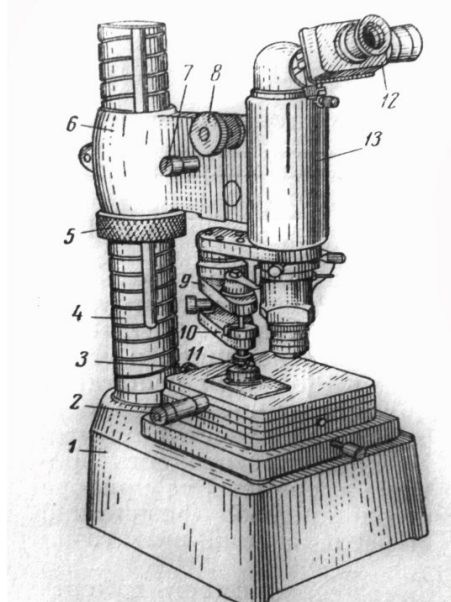


Рис. 18. Прибор ПМТ-3 [21]: 1 — станина; 2 и 3 — винты предметного столика; 4 — стойка; 5 — кольцевая гайка; 6 — кронштейн; 7 — механизм микроподачи; 8 — механизм макроподачи; 9 и 10 — кронштейны механизма нагружения; 11 — индентор; 12 — окулярный микрометр; 13 — тубус

На тубусе микроскопа (13) есть окуляр — микрометр АМ9-2 (12), объектив ОЭ-6 (в нижней части тубуса), осветитель (справа), механизм нагружения (слева). Перекрестие и два штриха окуляр-микрометра перемещаются механизмом винт-гайки с шагом, равным 1 мм. На конце винта есть барабанчик, разделенный на 100 делений, для отсчетов дробных частей его поворота [21]. Цену деления шкалы барабанчика окуляра легко определить с помощью объект-микрометра [1]. При использовании объектива апертуры  $A = 0.65$  она составляет около 0.3 мкм. **Перед началом испытаний сведенный штрих в окуляре должен находиться на цифре «4» неподвижной шкалы, а «0» на шкале барабанчика — строго против риски.**

Тубус перемещается с помощью винта (8) для осуществления грубого перемещения (макроподачи) и с помощью винта (7) — для малых перемещений (микроподачи). С правой стороны тубуса под ручкой макроподачи (8) есть рукоятка, с помощью которой можно стопорить тубус на кронштейне. После закрепления этой рукоятки возможно только тонкое перемещение, которое осуществляется при помощи механизма микроподачи (7). Под тубусом находится предметный столик, на котором устанавливают исследуемый образец. Столик может перемещаться в двух взаимно перпендикулярных направлениях при помощи винтов (2) и (3) и поворачивается вокруг своей оси на  $180^\circ$ .

Первоначально шлиф размещают на предметном столике под объективом и проводят фокусировку на объект: сначала с помощью макроподачи, а затем микроподачи получают изображение поверхности исследуемого образца. Далее, перемещая столик с помощью винтов (2) и (3), выбирают место для нанесения отпечатка, которое должно находиться в центре поля зрения микроскопа.

На рисунке 19 показана схема проведения испытаний на приборе ПМТ-3 [21], когда шлиф находится под алмазной пирамидой (1) до (или после) проведения испытания.

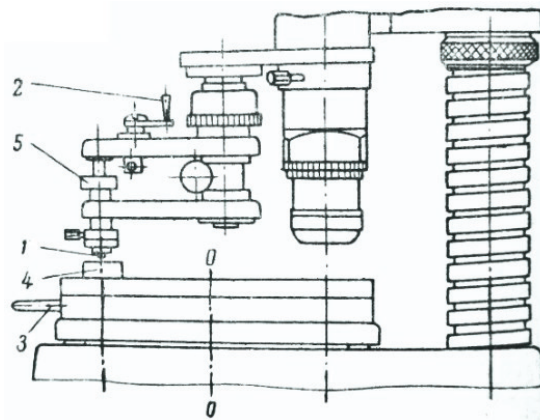


Рис. 19. Схема испытаний на приборе ПМТ-3: 1 — алмазная пирамида; 2 — арретир; 3 — рукоятка перемещения столика; 4 — образец; 5 — груз [21]

На механизме нагружения размещается выбранный груз (5) в виде дисков с прорезями. Затем рукояткой (3) поворачивают предметный столик на  $180^\circ$  для того, чтобы подвести выбранный участок поверхности образца под острие алмазной пирамиды. Далее алмазная пирамида вдавливается в поверхность образца: шток опускается в результате вращения против часовой стрелки на полоборота арретира (2) и, опускаясь под действием груза, вдавливается в поверхность исследуемого шлифа. Затем рукоятку арретира отводят в первоначальное положение, чтобы поднять шток, и перемещают предметный столик в исходное положение. В результате образец оказывается под объективом. Далее проводят измерения размеров отпечатка.

**Важно помнить, что нельзя перемещать предметный столик при нанесении отпечатка, не подняв индентор (под нагрузкой)!**

*Статистическая обработка результатов эксперимента*

Проведя  $N$  измерений некоторой физической величины ( $x_1, \dots, x_N$ ), можно оценить среднее арифметическое (среднее значение по данной выборке), которое будет наилучшим приближением к значению измеряемой физической величины:

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i.$$

Чтобы оценить точность определения искомой величины путем расчета среднего арифметического, проводят вычисление среднеквадратичного отклонения среднего арифметического (среднеквадратичной погрешности среднего арифметического):

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N(N-1)}}.$$

Результаты измерений представляют, вычисляя доверительный интервал для истинного значения измеряемой величины:

$$x = \bar{x} \pm S_{\bar{x}} \cdot t_{\alpha, n},$$

где  $t_{\alpha, n}$  — коэффициент Стьюдента [22].

Также следует определиться с основными правилами записи погрешностей. Как указано в работе [23], в учебной лаборатории экспериментальные погрешности обычно должны округляться до одной значащей цифры. После того, как рассчитана погрешность измерения, надо определиться с тем, какие цифры считать значимыми. При представлении результатов измерений последняя значащая цифра должна быть того же порядка величины, что и погрешность [23]. Например, если погрешность в определении размера зерна составила 0.3 мм, а средний размер зерна равен 2.51 мм, то запись: 2.51 ± 0.3 мм будет некорректной. Правильно будет округлить результат и записать: 2.5 ± 0.3 мм.

Погрешности в косвенных измерениях вычисляются иначе [23].

*Химический состав и механические свойства некоторых сплавов*

Химический состав некоторых марок углеродистых сталей обыкновенного качества [24]

Марки углеродистых сталей обыкновенного качества начинаются с букв «Ст» (означает «сталь»), далее следуют цифры, обозначающие условный номер марки в зависимости от химического состава. Степень раскисления указывается следующим образом: «кп» — кипящая, «пс» — полуспокойная, «сп» — спокойная. Если в марке присутствует буква «Г», то это означает, что в стали массовая доля марганца 0.8 % и более. Например, сталь марки Ст5Гпс содержит 0.80—1.20 % марганца.

Марка	Массовая доля химических элементов, %		
	C	Mn	Si
Ст0	Не более 0.23	—	—
Ст1кп	0.06—0.12	0.25—0.50	Не более 0.05
Ст1пс	0.06—0.12	0.25—0.50	0.05—0.15
Ст1сп	0.06—0.12	0.25—0.50	0.15—0.30
Ст2кп	0.09—0.15	0.25—0.50	Не более 0.05
Ст2пс	0.09—0.15	0.25—0.50	0.05—0.15
Ст2сп	0.09—0.15	0.25—0.50	0.15—0.30
Ст3кп	0.14—0.22	0.30—0.60	Не более 0.05
Ст3пс	0.14—0.22	0.40—0.65	0.05—0.15
Ст3сп	0.14—0.22	0.40—0.65	0.15—0.30
Ст4кп	0.18—0.27	0.40—0.70	Не более 0.05
Ст4пс	0.18—0.27	0.40—0.70	0.05—0.15
Ст4сп	0.18—0.27	0.40—0.70	0.15—0.30
Ст5пс	0.28—0.37	0.50—0.80	0.05—0.15
Ст5сп	0.28—0.37	0.50—0.80	0.15—0.30
Ст5Гсп	0.22—0.30	0.80—1.20	≤ 0.15
Ст6пс	0.38—0.49	0.50—0.80	0.05—0.15
Ст6сп	0.38—0.49	0.50—0.80	0.15—0.30

В Ст0 массовая доля серы не более 0.060 %, фосфора — не более 0.070 %, в остальных марках — серы не более 0.050 %, фосфора — не более 0.040 %.

*Механические свойства листового проката  
из углеродистых сталей обыкновенного качества [25]*

Марка	σ <sub>B</sub> , Мпа	σ <sub>B</sub> , Мпа при а, мм		δ, % при а, мм	
		≤ 20	20÷100	≤ 20	≥ 20
Ст0	≥ 300	—	—	23	20
Ст1кп	300—390	—	—	35	32
Ст2кп	320—410	215	195	33	30
Ст3кп	360—460	235	215	27	24
Ст3пс, Ст3сп	370—480	245	225	26	23
Ст4кп	400—510	255	235	25	22
Ст5пс, Ст5сп	490—630	285	265	20	17
Ст5Гпс	450—590	285	265	20	17

Здесь а — толщина листа.

*Химический состав некоторых марок нелегированных качественных сталей [26]*

Марка	Массовая доля элементов, %			
	C	Si	Mn	Cr
				(не более)
05кп	≤ 0.06	≤ 0.03	≤ 0.40	0.10
08кп	0.05—0.12	≤ 0.03	0.25—0.50	0.10
08пс	0.05—0.11	0.05—0.17	0.35—0.65	0.10
08	0.05—0.12	0.17—0.37	0.35—0.65	0.10
10	0.07—0.14	0.17—0.37	0.35—0.65	0.15
15	0.12—0.19	0.17—0.37	0.35—0.65	0.25
18кп	0.12—0.20	≤ 0.06	0.30—0.50	0.15
25	0.22—0.30	0.17—0.37	0.50—0.80	0.25
35	0.32—0.40	0.17—0.37	0.50—0.80	0.25
40	0.37—0.45	0.17—0.37	0.50—0.80	0.25
55	0.52—0.60	0.17—0.37	0.50—0.80	0.25
60	0.57—0.65	0.17—0.37	0.50—0.80	0.25

Эти стали содержат не более 0.030 % P, 0.035 % S, 0.3 % Ni и Cu.

*Механические свойства некоторых марок качественных углеродистых сталей [7]*

Марка	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %	KCU, Дж/см <sup>2</sup>
08	196	320	33	60	—
10	205	330	31	55	—
15	225	370	27	55	—
25	275	450	23	50	88
35	315	530	20	45	69
40	335	570	19	45	59
55	380	650	13	35	—
60	400	680	12	35	—

*Механические свойства некоторых цветных сплавов [7, 25, 27]*

Марка	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	KCU, Дж/см <sup>2</sup>	Состояние материала
<b>Алюминиевые сплавы</b>					
АМц	50	130	20		
АМц5	170	340	20		
Д1	240	400	20		
Д16	330	440	18		
В96	720	750	7		
АК6	300	400	12		
<b>Медные сплавы</b>					
Л80	540	640	5	145	Твердое
Л96	390	400	2	130	Твердое
ЛО90-1	450	520	5	148	Твердое
ЛАЖ60-1-1		680	9	170	Твердое
ЛК80-3		650	4	180	Твердое
БрАЖ9-4	350	500—700	4—6	100—200	
БрОЦС4-4-4		400	10	75	Полутвердое; полосы, ленты

*Механические свойства некоторых цветных сплавов [7, 25, 27]*

Марка	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	КСУ, Дж/см <sup>2</sup>	Состояние материала
<b>Медные сплавы</b>					
БрАЖ9-4	300	600	20	140	Прессованное
БрБ2	250	500	40	90	Закаленное
	1000	1250	3	370	Состаренное
<b>Титановые сплавы</b>					
BT5		700—950	10	50	
BT14		1150—1400	6	50	
BT15		1300—1800	4		

*Требования к оформлению отчета по лабораторной работе*

Отчет по лабораторной работе оформляется в тетради для лабораторных работ.

Отчет должен содержать:

1. тему и цель работы;
2. теоретические сведения, включающие в себя идею метода, все необходимые расчетные формулы с пояснением физического смысла входящих в формулы символов;
3. таблицы с результатами измерений и вычислений;
4. результаты статистической обработки экспериментальных данных;
5. выводы, сформулированные по итогам работы.



Учебное электронное издание

**Логинова** Светлана Владимировна  
**Пикулев** Виталий Борисович

**Лабораторный практикум  
по оптической микроскопии  
и люминесцентной спектроскопии**

*Учебно-методическое электронное пособие*

Редактор *Л. М. Дейнега*

Оригинал-макет, электронная версия  
и оформление обложки *А. А. Сироткин*

Подписано к изготовлению 11.10.2021. 1 CD-R. 5,2 Мб.  
Тираж 100 экз. Изд. № 101

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
ПЕТРОЗАВОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
185910, г. Петрозаводск, пр. Ленина, 33

<https://petsu.ru>  
Тел. (8142) 71-10-01

Изготовлено в Издательстве ПетрГУ  
185910, г. Петрозаводск, пр. Ленина, 33  
URL: [press.petsu.ru/UNIPRESS/UNIPRESS.html](https://press.petsu.ru/UNIPRESS/UNIPRESS.html)  
Тел./факс (8142) 78-15-40