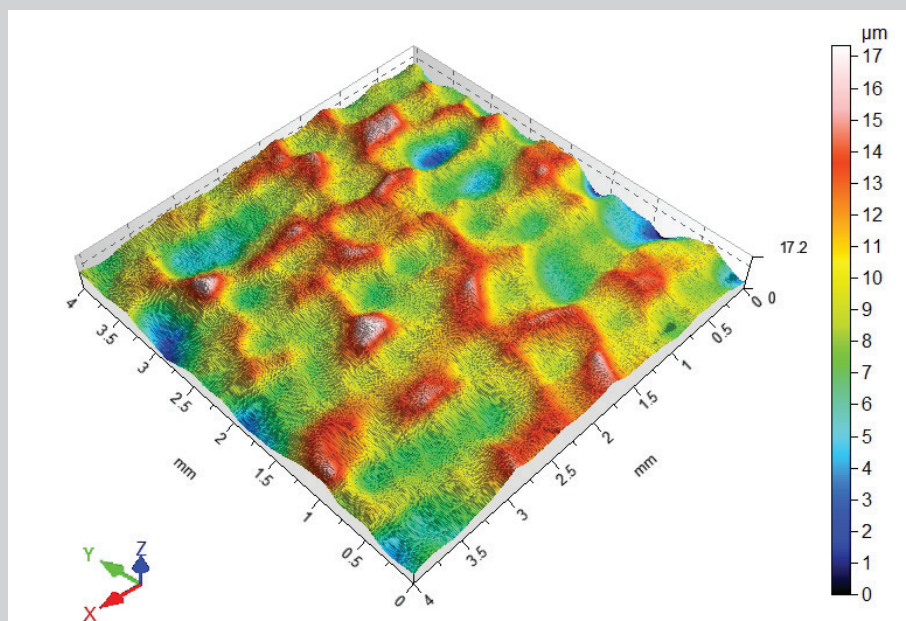




Kazimierz Zaleski
Jakub Matuszak
Radosław Zaleski

Metrologia warstwy wierzchniej



Metrologia warstwy wierzchniej

Podręczniki – Politechnika Lubelska



Politechnika Lubelska
Wydział Mechaniczny
ul. Nadbystrzycka 36
20-618 LUBLIN

Kazimierz Zaleski
Jakub Matuszak
Radosław Zaleski

Metrologia warstwy wierzchniej



Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej
Lublin 2018

Recenzent:

prof. dr hab. Mieczysław Budzyński, Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej

Publikacja wydana za zgodą Rektora Politechniki Lubelskiej

© Copyright by Politechnika Lubelska 2018

ISBN: 978-83-7947-345-8

Wydawca: Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej

www.biblioteka.pollub.pl/wydawnictwa

ul. Nadbystrzycka 36C, 20-618 Lublin

tel. (81) 538-46-59

Druk: TOP Agencja Reklamowa Agnieszka Łuczak

www.agencjatop.pl

Elektroniczna wersja książki dostępna w Bibliotece Cyfrowej PL www.bc.pollub.pl

Nakład: 100 egz.

Spis treści

WYKAZ WAŻNIEJSZYCH OZNACZEŃ	7
PRZEDMOWA	8
1. WARSTWA WIERZCHNIA – BUDOWA, WŁAŚCIWOŚCI, KSZTAŁTOWANIE (oprac. K. ZALESKI)	10
1.1. DEFINICJA I BUDOWA WARSTWY WIERZCHNIEJ	10
1.2. CHARAKTERYSTYKA WARSTWY WIERZCHNIEJ	14
1.2.1. Struktura geometryczna powierzchni przedmiotów	15
1.2.2. Właściwości fizykochemiczne warstwy wierzchniej.....	19
1.3. KSZTAŁTOWANIE WŁAŚCIWOŚCI WARSTWY WIERZCHNIEJ	20
1.3.1. Kształtowanie struktury geometrycznej powierzchni	20
1.3.2. Kształtowanie właściwości fizycznych warstwy wierzchniej	22
2. POMIARY STRUKTURY GEOMETRYCZNEJ POWIERZCHNI (oprac. K. ZALESKI, J. MATUSZAK)	26
2.1. PARAMETRY CHROPOWATOŚCI I FALISTOŚCI POWIERZCHNI	26
2.1.1. Parametry pionowe.....	28
2.1.2. Parametry amplitudowe	30
2.1.3. Parametry poziome	34
2.1.4. Parametry mieszane.....	35
2.1.5. Udział materiałowy i krzywa udziału materiałowego profilu	36
2.1.6. Krzywa gęstości amplitudowej	40
2.2. WADY POWIERZCHNI	40
2.2.1. Przyczyny powstawania wad powierzchni	40
2.2.2. Rodzaje wad powierzchni.....	42
2.3. PRZYRZĄDY DO POMIARU CHROPOWATOŚCI I FALISTOŚCI POWIERZCHNI	44
3. BADANIA MIKROSTRUKTURY WARSTWY WIERZCHNIEJ (oprac. R. ZALESKI, J. MATUSZAK)	63
3.1. MIKROSKOPIA OPTYCZNA	64
3.2. MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA	78
3.2.1. Mikroskopia elektronowa transmisyjna (TEM)	79
3.2.2. Mikroskopia elektronowa skaningowa (SEM)	81
4. POMIARY MIKROTWARDOŚCI (oprac. K. ZALESKI, J. MATUSZAK)	90
4.1. SPOSOBY POMIARÓW MIKROTWARDOŚCI.....	90
4.1.1. Sposób Vickersa.....	90

4.1.2. Sposób Knoopa.....	93
4.1.3. Sposób Grodzińskiego	95
4.2. URZĄDZENIA DO POMIARÓW MIKROTWARDZOŚCI	96
5. POMIARY NAPRĘŻEŃ WŁASNYCH (oprac. K. ZALESKI, J. MATUSZAK)	102
5.1. RODZAJE I POWSTAWANIE NAPRĘŻEŃ WŁASNYCH	102
5.2. METODY POMIARÓW NAPRĘŻEŃ WŁASNYCH.....	105
5.2.1. Metody nieniszczące pomiarów naprężeń własnych	106
5.2.2. Metody niszczące pomiarów naprężeń własnych	108
6. ANIHILACJA POZYTONÓW W BADANIACH WARSTWY WIERZCHNIEJ	
(oprac. R. ZALESKI)	115
6.1. POZYTON I ANIHILACJA.....	115
6.1.1. Pęd anihilującej pary elektron-pozyton	116
6.1.2. Średni czas życia pozytonu	118
6.1.3. Termalizacja pozytonów.....	120
6.2. DEFEKTY SIECI KRystalicznej	121
6.2.1. Defekty punktowe	122
6.2.2. Defekty liniowe	123
6.2.3. Defekty powierzchniowe.....	124
6.2.4. Defekty objętościowe.....	125
6.3. POZYTON JAKO PRÓBNIK MATERII.....	125
6.3.1. Wpływ obecności defektów na anihilację pozytonów	125
6.3.2. Model wychwytu pozytonów	128
6.3.3. Metody pozytonowe na tle innych technik badawczych	131
6.4. TECHNIKI POMIAROWE.....	132
6.4.1. Implantacja pozytonów do materiału	134
6.4.2. Pomiary pędu anihilującej pary elektron-pozyton	139
6.4.3. Spektroskopia czasów życia pozytonów.....	145

Wykaz ważniejszych oznaczeń

c	– prędkość światła
d	– średnia gęstość materiału
<i>DBARL</i>	– spektroskopia poszerzenia dopplerowskiego
E	– energia fotonów / pozytonów
<i>EDS</i>	– spektroskopia dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego
<i>WDS</i>	– spektroskopia dyspersji długości fali
f_{ob}	– ogniskowa obiektywu
f_{ok}	– ogniskowa okularu
G	– głębia ostrości
<i>HK</i>	– mikrotwardość Knoopa
<i>HV</i>	– mikrotwardość Vickersa
ln	– długość odcinka pomiarowego
lr	– długość odcinka elementarnego profilu chropowatości
m_e	– masa spoczynkowa elektronu i pozytonu
P	– profil pierwotny
<i>PALS</i>	– spektroskopia czasów życia pozytonów
R	– profil chropowatości, zdolność rozdzielcza
Ra	– średnia arytmetyczna rzędnych profilu chropowatości
Rz	– największa wysokość profilu chropowatości
<i>SEM</i>	– skaningowy mikroskop elektronowy
<i>TEM</i>	– transmisyjny mikroskop elektronowy
<i>SGP</i>	– struktura geometryczna powierzchni
<i>EWV</i>	– eksploatacyjna warstwa wierzchnia
<i>TWV</i>	– technologiczna warstwa wierzchnia
$T_{1/2}$	– okres połowicznego rozpadu
W	– profil falistości
<i>WV</i>	– warstwa wierzchnia
λ	– długość fali, szybkość (prawdopodobieństwo) anihilacji
τ	– średni czas życia pozytonów

Przedmowa

Warstwa wierzchnia jest jedną z podstawowych cech wytwarzanych elementów maszyn i urządzeń, które decydują o ich jakości technologicznej, tzn. jakości po zakończeniu procesu produkcyjnego. Właściwości warstwy wierzchniej tych elementów ulegają zmianom w czasie ich eksploatacji. Znaczenie warstwy wierzchniej wiąże się z bardzo dużym jej wpływem na właściwości użytkowe wytworzonych przedmiotów, a w szczególności na wytrzymałość zmęczeniową, odporność na zużywanie i na korozję.

Badania warstwy wierzchniej prowadzone są w wielu ośrodkach w kraju i za granicą. Wyniki tych badań są publikowane w wielu czasopismach naukowych, są też przedstawiane na konferencjach naukowych. W Polsce, począwszy od lat 70-tych ubiegłego wieku, organizowane są konferencje pt. „Wpływ technologii na stan warstwy wierzchniej”, w całości poświęcone tej tematyce. Referaty na temat badań warstwy wierzchniej przedstawiane były również na innych konferencjach, takich jak „Technologia obróbki nagniataniem”, „Obróbka materiałów o specjalnych właściwościach” czy „Metrologia w technikach wytwarzania”. Badania właściwości warstwy wierzchniej elementów maszyn wytwarzanych różnymi sposobami od wielu lat prowadzone są na Wydziale Mechanicznym Politechniki Lubelskiej.

Obserwowany w ostatnich latach dynamiczny rozwój metod badań warstwy wierzchniej oraz konstrukcji przyrządów pomiarowych znacznie rozszerza możliwości poznania właściwości tej warstwy. Komputeryzacja przyrządów pomiarowych umożliwia rejestrację wyników pomiarów i przeprowadzenie ich pełnej analizy oraz zmniejszenie pracochłonności i uciążliwości przeprowadzenia pomiarów.

Warstwa wierzchnia może być badana metodami niszczącymi oraz nieniszczącymi. Większym zainteresowaniem cieszą się te drugie, ponieważ metody nieniszczące mogą być stosowane do kontroli wytworzonych elementów. Dlatego ciągle poszukiwane są nowe metody badań, w których wykorzystywane są różne zjawiska fizyczne. Przykładem takiego zjawiska jest anihilacja pozytonów.

Pomiary warstwy wierzchniej są zagadnieniem dość złożonym, nierzadko wymagającym użycia skomplikowanej (drogiej) aparatury. W podręczniku scharakteryzowano różne metody badań warstwy wierzchniej. Szczególnie dużo uwagi poświęcono badaniom za pomocą aparatury znajdującej się w Laboratorium Podstaw Inżynierii Produkcji na Wydziale Mechanicznym Politechniki

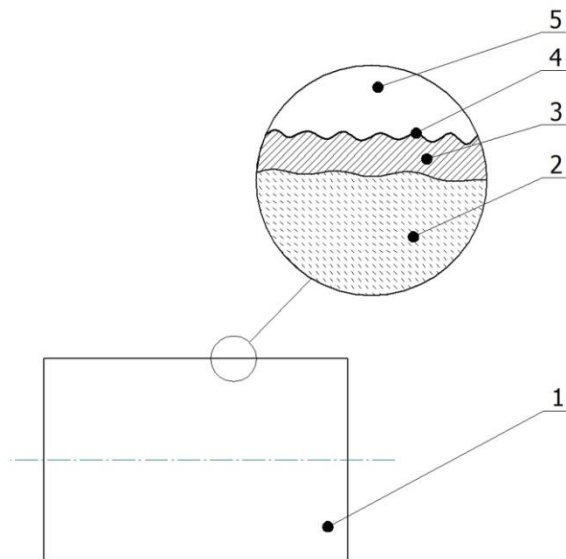
Lubelskiej oraz w Laboratorium Anihilacji Pozytonów na Wydziale Matematyki, Fizyki i Informatyki Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie.

Podręcznik przeznaczony jest dla studentów kierunków: *mechanika i budowa maszyn* oraz *inżynieria materiałowa*. Jako podręcznik pomocniczy może służyć studentom kierunków: *inżynieria produkcji* oraz *zarządzanie i inżynieria produkcji*. Może też być przydatny studentom wykonującym prace magisterskie, inżynierskie i przejściowe.

1. WARSTWA WIERZCHNIA – BUDOWA, WŁAŚCIWOŚCI, KSZTAŁTOWANIE

1.1. Definicja i budowa warstwy wierzchniej

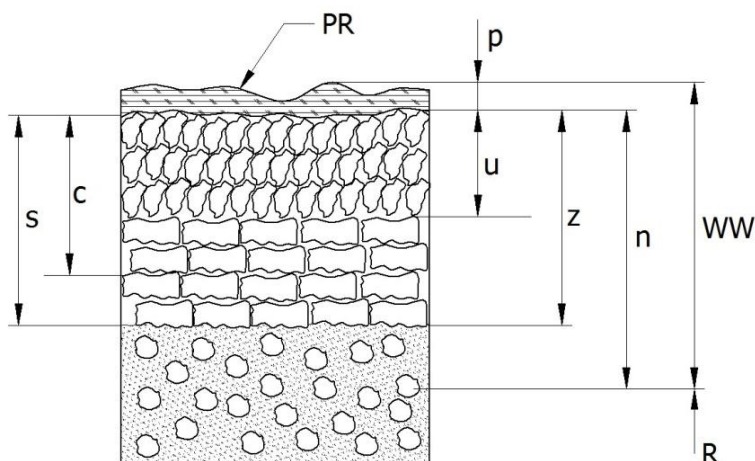
Powierzchnia przedmiotu, która oddziela ten przedmiot od otaczającego ośrodka, nazywana jest powierzchnią rzeczywistą tego przedmiotu. Zarówno w procesie wytwarzania jak i eksploatacji przedmiotów (np. elementów maszyn) zwykle następują zmiany budowy i właściwości warstwy materiału położonej bezpośrednio pod powierzchnią tych przedmiotów. Natomiast część objętości przedmiotu położona pod warstwą o zmienionej budowie i właściwościach jest nazywana rdzeniem. Zewnętrzna warstwa materiału przedmiotu, położona pod powierzchnią rzeczywistą tego przedmiotu, obejmująca tę powierzchnię oraz część objętości przedmiotu, w której nastąpiły zmiany właściwości fizycznych i niekiedy chemicznych, nazywana jest warstwą wierzchnią (rys. 1.1).



Rys. 1.1. Określenie warstwy wierzchniej: 1 – przedmiot, 2 – rdzeń, 3 – warstwa wierzchnia, 4 – powierzchnia rzeczywista, 5 – otaczający ośrodek

Budowa warstwy wierzchniej (WW) zależy od składu chemicznego i właściwości fizykochemicznych materiału, sposobów oraz warunków technologicz-

nych obróbki przedmiotu, a także warunków eksploatacji danego przedmiotu. Biorąc pod uwagę różnorodność czynników wpływających na budowę WW, trudno jest opracować ogólny model budowy tej warstwy. Natomiast opracowane zostały modele przedstawiające budowę WW przedmiotów obrobionych różnymi metodami [2]. Na rys. 1.2 przedstawiono uproszczony schemat modelu warstwy wierzchniej ukształtowanej w procesie obróbki mechanicznej [2, 12].



Rys. 1.2. Schemat modelu warstwy wierzchniej (WW) przedmiotu ukształtowanej podczas obróbki mechanicznej: PR – powierzchnia rzeczywista, R – rdzeń, c – strefa efektów cieplnych, n – strefa naprężeń własnych, p – strefa przypowierzchniowa, s – strefa steksturowania, u – strefa ukierunkowania, z – strefa zgniotu

W warstwie wierzchniej wyodrębnia się szereg stref, a mianowicie strefę przypowierzchniową, efektów cieplnych, naprężeń własnych, zgniotu, ukierunkowania i steksturowania.

Strefą WW nazywana jest część objętości tej warstwy, w której występuje określona cecha materiału, np. większa twardość czy zmieniony kształt ziaren. Strefy te wzajemnie przenikają się (objętość jednej strefy może całkowicie zawierać się w objętości innej strefy lub tylko w jej części). Dlatego też objętość warstwy wierzchniej nie jest sumą objętości poszczególnych jej stref.

Strefa przypowierzchniowa (p), która jest strefą przylegającą do powierzchni rzeczywistej, powstaje w wyniku zachodzących procesów adsorpcyjnych. Adsorpcją nazywane jest zjawisko zmian stężenia substancji na powierzchni ciała stałego lub cieczy. Rozróżnia się adsorpcję fizyczną i adsorpcję chemiczną (chemisorpcję). Adsorpcja fizyczna spowodowana jest siłami oddziaływań mię-

dzycząsteczkowych, np. siłami kohezji, zwanych też siłami van der Waalsa. Siły te występują dopiero wówczas, gdy odległości między cząsteczkami są bardzo małe, rzędu kilku nanometrów. Adsorpcja chemiczna charakteryzuje się przejściem elektronów pomiędzy ciałem stałym a substancją adsorbującą się, w wyniku czego powstaje związek chemiczny [8]. W strefie przypowierzchniowej mogą występować zaadsorbowane cząsteczki pochodzenia organicznego (np. smary, pot), cząsteczki wody, powstające zwykle wskutek skraplania się pary, oraz cząsteczki gazów, np. azotu, par siarki itp. Obecność strefy przypowierzchniowej powoduje znaczne obniżenie współczynnika tarcia w przypadku powierzchni trących bez udziału smaru. Tarcie takie jest nazywane tarcie technicznie suchym, w odróżnieniu od tarcia fizycznie suchego, które występuje wówczas, gdy na trących powierzchniach nie ma błonek adsorpcyjnych (tarcie takie może zachodzić w próżni).

Strefa efektów cieplnych (c) obejmuje tę część warstwy wierzchniej, w której nastąpiły zmiany wskutek wzrostu temperatury. Do tych zmian można zaliczyć przemiany fazowe, zmianę wielkości ziaren, powstanie nowych związków wskutek reakcji chemicznych, zmiany właściwości fizycznych materiału w tej strefie.

Strefą zgniotu (z) nazywana jest ta część warstwy wierzchniej, która została odkształcona plastycznie. Wskutek odkształcenia plastycznego następuje umocnienie materiału, przy czym umocnienie zwiększa się wraz ze wzrostem szybkości odkształcenia i maleje ze wzrostem temperatury. Umocnienie związane jest ze wzrostem gęstości dyslokacji występującym podczas odkształcenia plastycznego, czego skutkiem jest zahamowanie ruchu dyslokacji.

Strefa ukierunkowania (u) jest to część warstwy wierzchniej, w której nastąpiło wyraźne ukierunkowanie ziaren materiału. Ukierunkowanie można badać za pomocą mikroskopu metalograficznego w świetle odbitym.

Strefa stekstrowania (s) jest częścią warstwy wierzchniej charakteryzującą się uprzywilejowaną orientacją kryształów lub ziaren ze względu na elementy sieciowe. Tekstura może być badana metodami dyfrakcji rentgenowskiej.

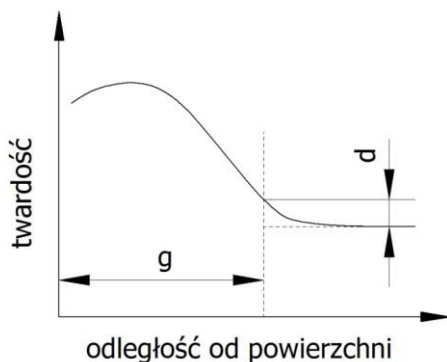
W strefie naprężeń własnych (n) występują zarówno odkształcenia plastyczne jak i sprężyste. W zależności od przebiegu procesu wytwarzania i eksploatacji danego elementu w warstwie wierzchniej mogą być ukonstytuowane naprężenia własne rozciągające jak i ściskające.

Bardziej rozbudowany model warstwy wierzchniej, model 8-strefowy, obejmuje ponadto strefę tlenków oraz strefę Beilby'ego (bezpostaciową) [2].

Pod strefą przypowierzchniową często tworzy się strefa tlenków, która powstaje wskutek reakcji tlenu z metalem rdzenia. Strefa ta zabezpiecza rdzeń przed korozją i dalszą dyfuzją tlenu i innych pierwiastków (np. siarki) w głąb materiału warstwy wierzchniej.

Bezpośrednio pod fizycznie czystą powierzchnią przedmiotu może wytworzyć się cienka warstewka, o grubości kilku dziesiątych mikrometra, nazywana strefą Beilby'ego. Powstanie tej strefy jest związane z uszkodzeniami ziaren podczas obróbki (np. obróbki skrawaniem) lub eksploatacji danego przedmiotu, co powoduje zakłócenie budowy krystalicznej i utworzenie się struktury pozornie bezpostaciowej.

Grubość warstwy wierzchniej może być określana ze względu na daną strefę, na przykład ze względu na grubość warstwy utwardzonej, i definiowana jest jako średnia odległość płaszczyzny stycznej do powierzchni rzeczywistej od płaszczyzny stycznej do teoretycznej powierzchni wyznaczonej przez punkty odpowiadające wartościom granicznym cechy charakteryzującej tę strefę (w przypadku strefy utwardzonej cechą tą jest twardość). Przez wartość graniczną cechy należy rozumieć wartość tej cechy różniącą się od wartości rozpatrywanej cechy w rdzeniu materiału o umowną wartość [11, 12]. Na rys. 1.3 przedstawiono przykładowy rozkład twardości w funkcji odległości od powierzchni, jako jednej z cech warstwy wierzchniej, oraz sposób wyznaczania grubości warstwy utwardzonej.



Rys. 1.3. Sposób określenia grubości warstwy wierzchniej ze względu na strefę utwardzenia: g – grubość warstwy wierzchniej, d – umowna wartość graniczna cechy warstwy wierzchniej

Grubość warstwy wierzchniej zmienia się w szerokim zakresie, najczęściej zawiera się w przedziale od kilku setnych do kilku dziesiątych milimetra, ale może osiągać nawet kilka milimetrów.

1.2. Charakterystyka warstwy wierzchniej

W zależności od warunków eksploatacji wytworzone przedmioty powinny spełniać określone wymagania w zakresie:

- dokładności wymiarowo-kształtowej,
- stanu warstwy wierzchniej.

Wymagania w zakresie dokładności wymiarowo-kształtowej są zwykle w sposób wyczerpujący podane przez konstruktora. Natomiast stan warstwy wierzchniej określany jest mniej szczegółowo, często ograniczony tylko do powierzchni przedmiotu.

Charakteryzując warstwę wierzchnią przedmiotu należy uwzględnić:

- strukturę geometryczną powierzchni,
- właściwości fizykochemiczne warstwy wierzchniej.

Struktura geometryczna powierzchni (SGP) to układ mikronierówności powierzchni przedmiotu, który obejmuje wzniesienia i zagłębienia na tej powierzchni, z uwzględnieniem ich kształtu, wymiarów i rozmieszczenia.

Warstwa wierzchnia może różnić się od rdzenia przedmiotu ze względu na różne cechy fizykochemiczne, takie jak struktura metalograficzna, skład chemiczny, twardość, naprężenia własne, właściwości magnetyczne i inne. W budowie maszyn do podstawowych właściwości fizykochemicznych warstwy wierzchniej zalicza się mikrostrukturę, mikrotwardość¹ i naprężenia własne.

Ze względu na przebieg procesu kształtowania warstwy wierzchniej (WW) rozróżnia się:

- technologiczną warstwę wierzchnią (TWW),
- eksploatacyjną warstwę wierzchnią (EWW).

Pojęcie TWW wiąże się z WW ukształtowaną podczas wytwarzania przedmiotu. Proces wytwarzania składa się z szeregu etapów, które mają wpływ na stan TWW. Typowy przebieg procesu kształtowania przedmiotów obejmuje etapy:

- 1) wytworzenie półfabrykatu, np. odlewu, odkuwki, pręta walcowanego, pręta ciągniętego,
- 2) obróbka wstępna, np. toczenie zgrubne, frezowanie zgrubne,
- 3) obróbka kształtująca, np. np. frezowanie średniodokładne, wiercenie,
- 4) obróbka cieplna, np. hartowanie, odpuszczanie, wyżarzanie,
- 5) obróbka wykończeniowa, np. szlifowanie, honowanie, nagniatanie.

¹ Ocena twardości warstwy wierzchniej jest dokonywana na podstawie pomiarów mikrotwardości ze względu na małą grubość warstwy wierzchniej.

Decydujący wpływ na stan TWW ma obróbka wykończeniowa, której jednym z celów jest ukształtowanie wymaganych właściwości WW wytwarzanego przedmiotu. Niemniej operacje poprzedzające obróbkę wykończeniową mogą również w pewnym stopniu wpływać na właściwości TWW, np. naprężenia własne ukształtowane w kolejnych operacjach mogą wpływać na ostateczny rozkład tych naprężeń w WW gotowego wyrobu. Należy też zwrócić uwagę, że obróbce wykończeniowej poddawane są tylko niektóre powierzchnie obrabianego przedmiotu. Powierzchnie o mniejszych wymaganiach odnośnie do dokładności i jakości powierzchni są pozostawione po obróbce kształtującej, a nawet mogą być w ogóle nieobrabiane.

Po wykonaniu elementów następuje montaż maszyn, po czym maszyny są eksploatowane. W czasie eksploatacji ukształtowana w procesie wytwarzania TWW elementów maszyn ulega zmianom wskutek oddziaływania różnych czynników, np. tarcia, wysokiej temperatury czy agresywnego środowiska. Warstwa wierzchnia zmieniona wskutek oddziaływania czynników eksploatacyjnych nazywana jest eksploatacyjną warstwą wierzchnią (EWW). Czynniki kształtujące EWW nie są w pełni poznane i często są niesterowalne [5].

Stan TWW w znaczący sposób wpływa na przebieg procesu eksploatacji elementów maszyn, a tym samym na kształtowanie EWW. Kształtując odpowiednie właściwości TWW elementów można korzystnie wpłynąć na parametry pracy oraz trwałość maszyn i urządzeń.

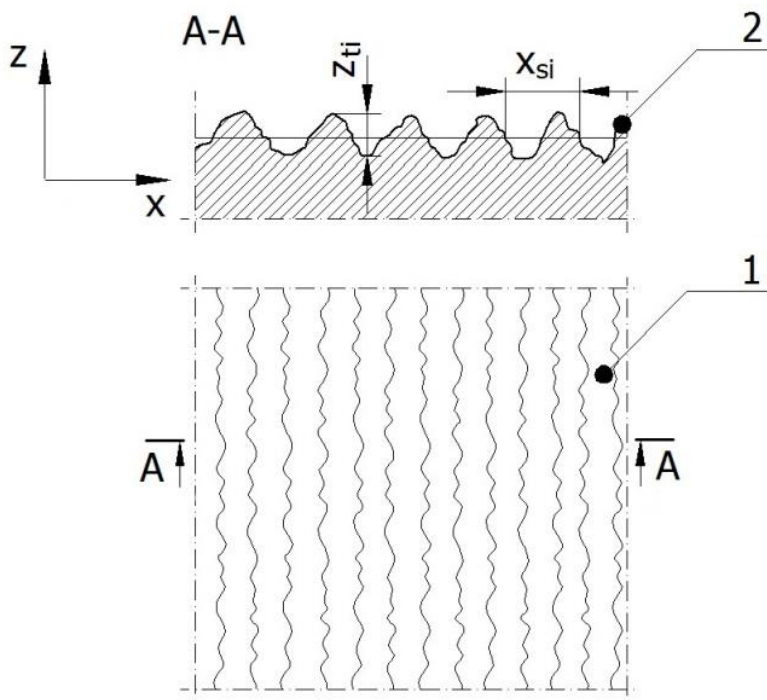
1.2.1. Struktura geometryczna powierzchni przedmiotów

Struktura geometryczna powierzchni (SGP) określa budowę powierzchni zewnętrznej przedmiotów i stanowi integralną część warstwy wierzchniej. SGP obejmuje zarys kształtu, falistość, chropowatość oraz wady powierzchni².

Analiza struktury geometrycznej powierzchni może być przeprowadzona na poziomie makroskopowym, mikroskopowym i submikroskopowym. Na wymienionych poziomach analizowane są odpowiednio: falistość, chropowatość i nanochropowatość [6]. Przyjmuje się, że zarówno falistość jak i chropowatość są zbiorami powtarzających się elementów. Przez przecięcie badanej powierzchni 1 płaszczyzną A-A otrzymuje się profil powierzchni 2 (rys. 1.4), przedstawiony w układzie 2D, przy czym współrzędna x jest równoległa do krawędzi przecięcia

² Stosowana jest też węższa definicja SGP, która obejmuje tylko falistość, chropowatość i wady powierzchni, natomiast pomija błędy kształtu [6].

płaszczyzny stycznej do powierzchni 1 i płaszczyzny A-A, natomiast współrzędna z jest prostopadła do płaszczyzny stycznej do badanej powierzchni 1.



Rys. 1.4. Określenie profilu powierzchni: 1 – badana powierzchnia, 2 – profil

Profil obejmujący stan rzeczywisty powierzchni nazywany jest profilem pierwotnym. Wyodrębnienie z profilu pierwotnego zarysu kształtu, falistości i chropowatości powierzchni opiera się na wartości stosunku średniej szerokości elementów profilu $X_{s_{\dot{s}r}}$ do ich wysokości $Z_{t_{\dot{s}r}}$. Wartość tego stosunku dla poszczególnych rodzajów okresowo powtarzających się nierówności powierzchni jest następująca [1]:

- dla zarysu kształtu: $\frac{X_{s_{\dot{s}r}}}{Z_{t_{\dot{s}r}}} > 1000$,
- dla falistości powierzchni: $40 \leq \frac{X_{s_{\dot{s}r}}}{Z_{t_{\dot{s}r}}} < 1000$,
- dla chropowatości powierzchni: $\frac{X_{s_{\dot{s}r}}}{Z_{t_{\dot{s}r}}} < 40$.

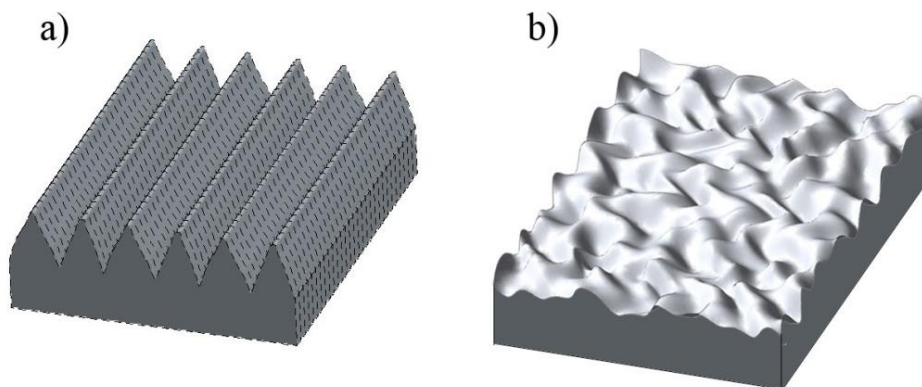
Średnia szerokość elementów profilu $X_{s_{\dot{s}r}}$ oraz średnia wysokość tych elementów $Z_{t_{\dot{s}r}}$ wyraża się zależnością [1]:

$$Xs_{\acute{s}r} = \frac{\sum_{i=1}^m x_{si}}{m}, \quad (1.1)$$

$$Zt_{\acute{s}r} = \frac{\sum_{i=1}^m z_{ti}}{m}. \quad (1.2)$$

We wzorach (1.1) i (1.2) x_{si} jest szerokością poszczególnych elementów profilu, z_{ti} – wysokością tych elementów, m – liczbą tych elementów (rys. 1.4).

Struktura geometryczna powierzchni analizowana jest też w układzie przestrzennym (3D). Widok przykładowych SGP przedstawiono na rys. 1.5. Mikro nierówności SGP, ukształtowane w procesie wytwarzania lub eksploatacji, mogą charakteryzować się określonym ukierunkowaniem (rys. 1.5a) lub brakiem ukierunkowania (rys. 1.5b) [7].



Rys. 1.5. Widok powierzchni o strukturze ukierunkowanej (a) i nieukierunkowanej (b)

W zależności od sposobu obróbki na powierzchni występuje różny układ śladów ostrza narzędzia skrawającego, który określany jest mianem kierunkowości struktury geometrycznej powierzchni. Klasyfikację kierunkowości SGP, wraz symbolami służącymi do jej oznaczania, przedstawiono na rys. 1.6.



Rys. 1.6. Klasyfikacja kierunkowości SGP

Struktura jednokierunkowa może być równoległa albo prostopadła do linii przedstawiającej daną powierzchnię na rysunku oraz może mieć kształt współśrodkowych okręgów. Struktura wielokierunkowa uporządkowana może składać się z dwóch przecinających się pasm mikronierówności, przy czym mikronierówności w poszczególnych pasmach są względem siebie równoległe (skrzyżowana) lub położonych promieniowo względem określonego punktu (promieniowa). Mikronierówności w strukturze nieuporządkowanej tworzą przecinające się linie, położone przypadkowo w różnych kierunkach. W strukturze bezkierunkowej występują zagłębienia i wzniesienia charakteryzujące się brakiem kierunkowości.

Zarówno w procesie wytwarzania jak i późniejszej eksploatacji na powierzchniach przedmiotów mogą powstawać wady. Wady powierzchniowe mogą mieć różne kształty i wymiary, w odniesieniu do rozpatrywanej powierzchni mogą stanowić wgłębienia albo wypukłości, mogą też być widoczne jako zmiany barwy (plamy). Przykładami wad powierzchni są bruzdy, rysy, pęknięcia, rozpadliny, wtrącenia obcego materiału, rozwarstwienia materiału, zadziory, wypływki, zaokrąglenia krawędzi (niezamierzone), wżery.

1.2.2. Właściwości fizykochemiczne warstwy wierzchniej

Do podstawowych właściwości fizykochemicznych warstwy wierzchniej zalicza się:

- mikrostrukturę materiału WW,
- twardość materiału WW,
- naprężenia własne.

Często w procesie zarówno obróbki jak i eksploatacji przedmioty narażone są na występowanie dużych nacisków jak i znaczny wzrost temperatury. Czynniki te mogą prowadzić do przemian strukturalnych w poszczególnych strefach WW oraz do zmian składu chemicznego poszczególnych stref. Charakterystyka struktury poszczególnych stref WW obejmuje przede wszystkim [3]:

- rodzaj faz stałych i składników,
- udział, kształt oraz rozmieszczenie faz i składników,
- kształt i wielkość ziaren w fazach.

Twardość jest cechą materiału określającą odporność na trwałe odkształcenia wskutek działania sił skupionych (węgłbnika), w umownych warunkach, na małe pole powierzchni. Ze względu na małą grubość WW twardość tej warstwy może być określana przy zastosowaniu bardzo małych obciążeń węgłbnika (poniżej 9,81 N). Tak określona twardość nazywana jest mikrotwardością³.

Naprężeniami własnymi nazywane są naprężenia, które występują w danym ciele mimo braku oddziaływania zewnętrznego i równoważą się wzajemnie wewnątrz części objętości tego ciała. Tą częścią objętości może być warstwa wierzchnia elementu maszyny. Naprężenia własne w WW przedmiotów kształtowane są zarówno podczas ich wytwarzania jak i eksploatacji.

Oprócz wyżej wymienionych, szereg innych właściwości WW przedmiotów może ulegać zmianom wskutek oddziaływania różnych czynników na te przedmioty w procesie ich wytwarzania i eksploatacji. Do najważniejszych z nich można zaliczyć [2]:

- właściwości adsorpcyjne,
- rozpuszczalność gazów,
- właściwości dyfuzyjne,
- właściwości adhezyjne.

³ Według PN – EN ISO 6507 – 1: 2007 próba mikrotwardości Vickersa przeprowadzana jest przy zastosowaniu siły obciążającej w zakresie od 0,09807 N do 1,961 N.

1.3. Kształtowanie właściwości warstwy wierzchniej

Technologiczna warstwa wierzchnia kształtowana jest metodami ubytkowymi, które charakteryzują się usuwaniem części objętości obrabianego przedmiotu (naddatku obróbkowego), oraz bezubytkowymi. Niektóre techniki wytwarzania służą do nadania obrabianemu przedmiotowi określonego kształtu i wymiarów, a ponadto kształtują WW, np. obróbka wiórowa, szlifowanie, obróbka plastyczna, cięcie laserem. Inne, do których można zaliczyć obróbkę ciepło-chemiczną, większość odmian nagniatania, obróbkę implantacyjną, stosowane są w celu zapewnienia odpowiednich właściwości WW.

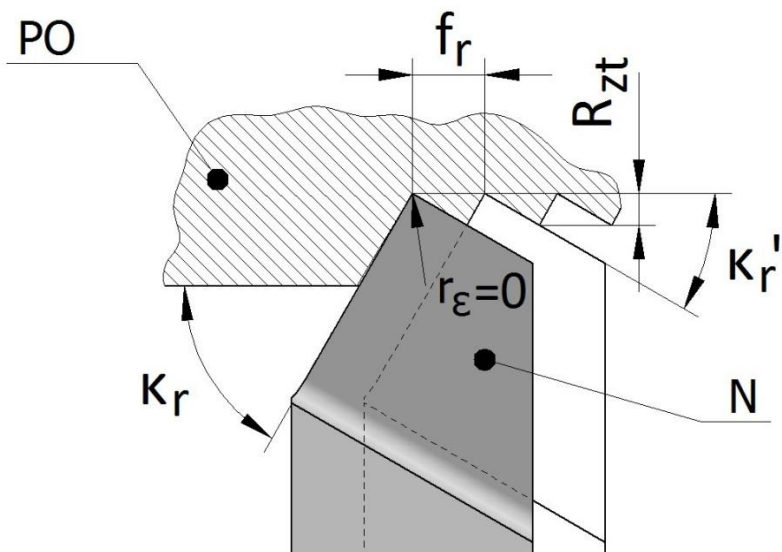
1.3.1. Kształtowanie struktury geometrycznej powierzchni

Kształtowany w procesie wytwarzania profil nierówności powierzchni często jest sumą dwóch składowych:

- 1) profilu zdeterminowanego,
- 2) profilu losowego.

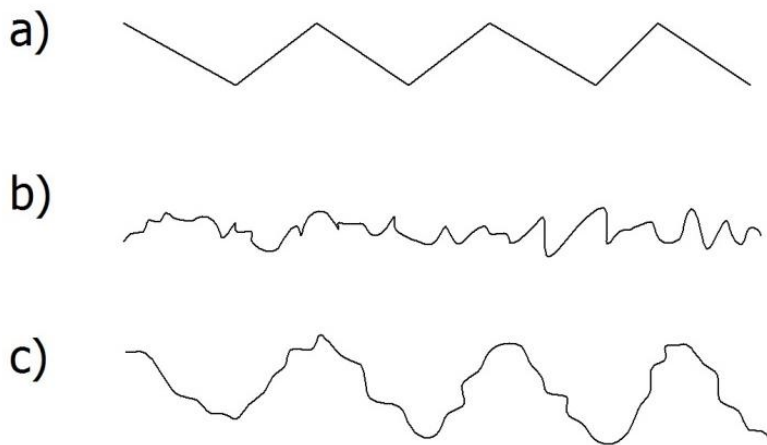
Przykładem SGP powstającej wskutek jednoczesnych oddziaływań zdeterminowanych i losowych jest SGP po obróbce skrawaniem. Profil zdeterminowany powstaje w wyniku geometryczno-kinematycznego odwzorowania naroża ostrza narzędzia w obrabianym materiale. W zależności od geometrii ostrza oraz posuwu można wyodrębnić cztery rodzaje odwzorowania [4]. Jednym z nich jest odwzorowanie liniowe, które powstaje przy założeniu, że promień naroża $r_e = 0$. W takim przypadku profilu zdeterminowanego chropowatości zależy od kąta przystawienia κ , pomocniczego kąta przystawienia κ_r' i posuwu f_r (rys. 1.7). Oprócz geometryczno-kinematycznego odwzorowania naroża na profil wypadkowy nierówności powierzchni po obróbce skrawaniem wpływa szereg czynników losowych, do których można zaliczyć odkształcenia materiału i narzędzia, zmiany zarysu krawędzi skrawającej związane ze zużywaniem się ostrza, występowanie narostu, drgania układu obróbkowego. Na rys. 1.8 przedstawiono przykładowy profil nierówności powierzchni zdeterminowany, losowy oraz wypadkowy.

Udział składowej zdeterminowanej w profilu wypadkowym zależy od sposobu i rodzaju obróbki, np. jest znacznie większy w przypadku toczenia zgrubnego niż dokładnego, co jest związane ze stosowaniem w obróbce zgrubnej większego posuwu.



Rys. 1.7. Liniowe odwzorowanie ostrza w materiale obrabianym: PO – przedmiot obrabiany, N – narzędzie, R_{zt} – teoretyczna wysokość chropowatości powierzchni (pozostałe oznaczenia – w tekście)

Największa wysokość chropowatości powierzchni R_z wytwarzanych przedmiotów zależy od wielu czynników, do najważniejszych z nich można zaliczyć rodzaj materiału, sposób obróbki, warunki technologiczne obróbki.



Rys. 1.8. Profile mikronierówności powierzchni: a) składowa zdeterminowana, b) składowa losowa, c) profil wypadkowy

Przykładowo podano orientacyjne wartości zakresów otrzymywanych wysokości chropowatości powierzchni przygotowanych metodą [6, 9]:

- cięcia gazowego – $Rz = (25 \div 200) \mu\text{m}$,
- odlewania w kokilach – $Rz = (3,2 \div 25) \mu\text{m}$,
- kucia – $Rz = (6,4 \div 100) \mu\text{m}$,
- walcowania na zimno, ciągnięcia – $Rz = (0,8 \div 25) \mu\text{m}$,
- toczenia – $Rz = (1,2 \div 20) \mu\text{m}$,
- gładzenia otworów – $Rz = (0,2 \div 2,5) \mu\text{m}$,
- nagniatania tocznego – $Rz = (0,4 \div 5) \mu\text{m}$,
- wygładzania ślizgowego elementem diamentowym – $Rz = (0,1 \div 1,2) \mu\text{m}$.

1.3.2. Kształtowanie właściwości fizycznych warstwy wierzchniej

A. Przemiany strukturalne

Przemiany strukturalne w warstwie wierzchniej następują głównie wskutek wzrostu temperatury tej warstwy. Przykładem obróbki, której towarzyszy bardzo wysoka temperatura jest cięcie laserem. Wiązka lasera może powodować stopienie, odparowanie oraz spalanie materiału w szczelinie cięcia. Powstające ciepło przenika do cienkiej warstwy materiału przylegającej do szczeliny cięcia, nazywanej strefą wpływu ciepła. Do szczeliny cięcia kierowany jest strumień gazu towarzyszącego (np. powietrze, tlen, azot), który „wydmuchuje” znajdujące się w szczelinie produkty powstające w wyniku oddziaływania wiązki lasera na cięty materiał, a ponadto chłodzi strefę wpływu ciepła. W tych warunkach mogą nastąpić przemiany strukturalne materiału, czego następstwem jest zmiana mikrostruktury warstwy wierzchniej. Przemiany takie zaobserwowano w stali C45, która przed cięciem miała strukturę ferrytyczno-perlityczną, a po cięciu laserem w WW powstała struktura martenzytyczna [10].

Przemiany strukturalne mogą też następować wskutek dużych nacisków, które powodują odkształcenia plastyczne WW. Takie warunki występują podczas obróbki nagniataniem. Wskutek tej obróbki w WW przedmiotów mogą wystąpić następujące przemiany strukturalne [9]:

- ukierunkowanie i odkształcenie ziaren,
- tekstura,
- rozpad austenitu szczątkowego.

B. Umocnienie warstwy wierzchniej

Twardość (mikrotwardość) WW przedmiotu często różni się od twardości rdzenia. Do często stosowanych metod zwiększenia twardości WW można zaliczyć metody oparte na:

- umocnieniu wskutek zgniotu,
- przemianach strukturalnych,
- procesach dyfuzyjnych.

Odształcenia plastyczne materiału obrabianego wskutek nacisku narzędzia powodują wzrost twardości WW. Umocnienie materiału WW wyjaśniane jest na gruncie teorii dyslokacji [9]. Wzrost mikrotwardości WW spowodowany umocnieniem materiału, w zależności od rodzaju materiału obrabianego oraz sposobu i warunków technologicznych obróbki, może wynosić od kilku do kilkudziesięciu procent.

Większy wzrost twardości następuje wskutek przemian strukturalnych. Przemiana struktury ferrytyczno-perlitycznej w martenzytyczną w WW przedmiotów ze stali C45 wskutek cięcia laserem spowodowała ponad dwukrotny wzrost mikrotwardości [10].

Zjawisko dyfuzji występuje w procesach obróbki cieplno-chemicznej, która polega na wprowadzaniu atomów pierwiastka dyfundującego, w podwyższonej temperaturze, do warstwy wierzchniej przedmiotu. Często stosowanymi sposobami obróbki cieplno-chemicznej jest nawęglanie i azotowanie, które umożliwiają znaczne zwiększenie twardości WW obrabianych przedmiotów. W procesie wytwarzania może nastąpić też odwęglenie WW, które powoduje zmniejszenie twardości.

C. Kształtowanie naprężeń własnych

Naprężenia własne w obrabianych przedmiotach kształtowane są zarówno w procesach wytwarzania półfabrykatów jak i obróbki tych przedmiotów. W zależności od warunków obróbki w warstwie wierzchniej wykonanych przedmiotów mogą być ukształtowane naprężenia własne rozciągające (dodatnie) lub ściskające (ujemne). Naprężenia te równoważone są naprężeniami o przeciwnym znaku, występującymi w głębiej położonych warstwach materiału. Dąży się do ukształtowania w WW ściskających naprężeń własnych, gdyż

wpływają one korzystnie na trwałość eksploatacyjną wykonanych przedmiotów, a szczególnie na wzrost ich wytrzymałości zmęczeniowej.

W wielu przypadkach naprężenia własne wpływają na przebieg obróbki i jakość wykonanych elementów. Przykładem mogą być naprężenia własne w elementach łączonych poprzez spawanie, które często powodują znaczne odkształcenia spawanych przedmiotów. Również znaczne odkształcenia obrabianych przedmiotów wskutek powstawania dużych naprężeń własnych mogą wystąpić podczas frezowania elementów cienkościennych. Jest to szczególnie niekorzystne podczas obróbki wielkogabarytowych elementów integralnych. Powstające wskutek odkształceń duże błędy kształtu, położenia oraz wymiarów liniowych i kątowych mogą utrudniać, a nawet uniemożliwiać, dalsze prace montażowe. Rozciągające naprężenia własne, wskutek sumowania się z rozciągającymi naprężeniami pochodzącymi od obciążeń zewnętrznych, powodują zmniejszenie wytrzymałości zmęczeniowej obrobionych elementów.

Niekorzystny stan naprężeń własnych można poprawić poprzez dobór odpowiednich sposobów wytwarzania, kolejności obróbki poszczególnych powierzchni przedmiotu oraz warunków technologicznych obróbki. Jednym ze sposobów obróbki, stosowanym głównie w celu poprawy właściwości WW, jest nagniatanie, które umożliwia ukształtowanie ściskających naprężeń własnych o wartości rzędu kilkuset MPa, zalegających na ogół na głębokości kilku dziesiątych milimetra, a niekiedy głębokość ta przekracza 1 mm.

Literatura

1. Adamczak S.: *Pomiary geometryczne powierzchni. Zarysy kształtu, falistość i chropowatość*. WN-T Warszawa 2008.
2. Burakowski T., Wierchoń T.: *Inżynieria powierzchni metali*. WN-T Warszawa 1995.
3. Górecka R., Polański Z.: *Metrologia warstwy wierzchniej*. WN-T Warszawa 1983.
4. Grzesik W.: *Podstawy skrawania materiałów konstrukcyjnych*. WN-T Warszawa 2010.
5. Legutko S., Nosal S.: *Kształtowanie technologicznej i eksploatacyjnej warstwy wierzchniej części maszyn*. Ośrodek Wydawnictw Naukowych. Poznań 2004.
6. Nowicki B.: *Struktura geometryczna. Chropowatość i falistość powierzchni*. WN-T Warszawa 1991.
7. Oczóś K.E., Lubimov V.: *Struktura geometryczna powierzchni*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej. Rzeszów 2003.

8. Ościk J.: *Adsorpcja*. PWN Warszawa 1973.
9. Przybylski W.: *Technologia obróbki nagniataniem*. WN-T Warszawa 1987.
10. Skoczylas A., Zaleski K., Szewczyk S.: *Wpływ nagniatania odśrodkowego na mikrostrukturę i mikrotwardość stali C45 po cięciu laserem*. Inżynieria Powierzchni, 2017, nr 2, s.17–21.
11. Szulc S., Stefko A.: *Obróbka powierzchniowa części maszyn. Podstawy fizyczne i wpływ na własności użytkowe*. WN-T Warszawa 1976.
12. PN-87/M-04250. *Warstwa wierzchnia. Terminologia*.

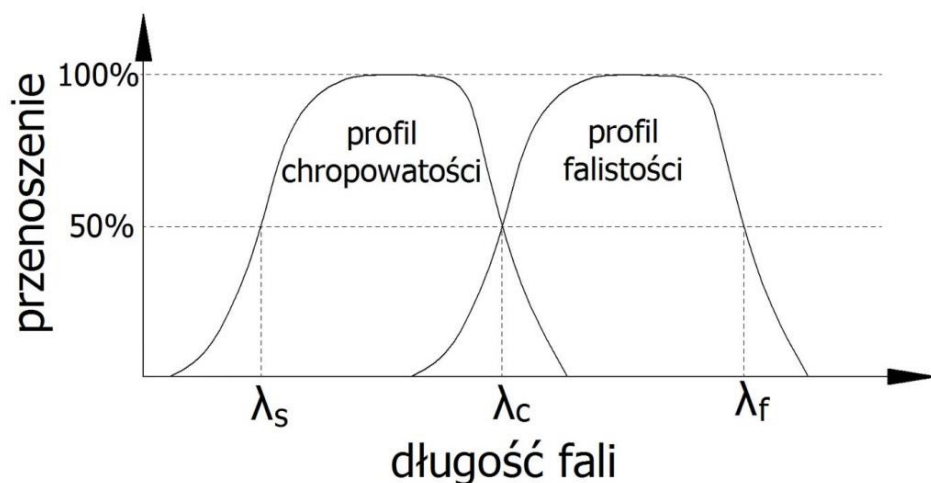
2. POMIARY STRUKTURY GEOMETRYCZNEJ POWIERZCHNI

Struktura geometryczna powierzchni (SGP) ma duży wpływ na właściwości eksploatacyjne elementów maszyn. Z tego powodu, a także ze względu na możliwość pomiaru metodami nieniszczącymi oraz relatywnie niską ceną urządzeń pomiarowych, SGP należy do najczęściej badanych właściwości warstwy wierzchniej w warunkach przemysłowych.

Ilościowa ocena SGP dokonywana jest na podstawie umownie przyjętych parametrów, które określone są dla profilu pierwotnego oraz wyizolowanymi z tego profilu poprzez filtrację profili chropowatości i falistości.

2.1. Parametry chropowatości i falistości powierzchni

Do oddzielenia profilu chropowatości i profilu falistości najczęściej stosowane są filtry elektryczne. Profil chropowatości powstaje poprzez oddzielenie od profilu pierwotnego składowych długofalowych profilu λ_c , natomiast profil falistości powstaje w wyniku oddzielenia długofalowych składowych profilu filtrem λ_f i krótkofalowych filtrem λ_c (rys. 2.1). Profil powstający w wyniku oddzielenia krótkofalowych składowych profilu filtrem λ_f jest zarysem kształtu.



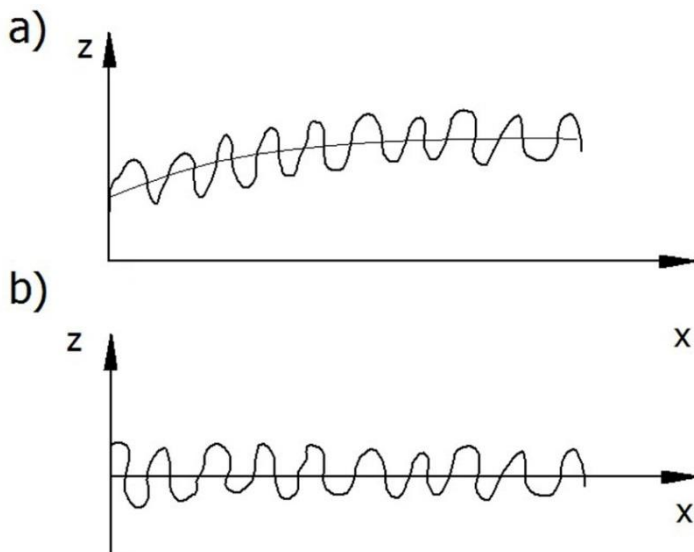
Rys. 2.1. Charakterystyka przenoszenia profili chropowatości i falistości powierzchni wg PN – EN ISO 4287

Na podstawie profilu powierzchni określone są parametry charakteryzujące kształt i wymiary mikronierówności. W zależności od analizowanego profilu stosuje się różne oznaczenia literowe parametrów. Parametry odpowiadające profilowi pierwotnemu, chropowatości i falistości oznacza się odpowiednio: P , R oraz W .

Parametry profilu określa się względem umownie przyjętej linii mającej kształt profilu nominalnego, nazywanej linią odniesienia. Na ogół w charakterze linii odniesienia przyjmowana jest linia średnia. Linie średnie profilu pierwotnego, falistości i chropowatości definiuje się następująco [7]:

- linia średnia profilu pierwotnego jest linią wyznaczoną przez dopasowanie metodą najmniejszych kwadratów nominalnego kształtu do profilu pierwotnego,
- linia średnia profilu falistości jest linią odpowiadającą składowym długofalowym profilu, które są tłumione filtrem profilu λ_f ,
- linia średnia profilu chropowatości jest linią odpowiadającą składowym długofalowym profilu, które są tłumione filtrem profilu λ_c .

Podczas pomiarów profil należy wypoziomować. Na rys. 2.2 przedstawiono przykładowy profil chropowatości powierzchni zmierzony (przed wypoziomowaniem) i po wypoziomowaniu.



Rys. 2.2. Profil powierzchni przed wypoziomowaniem: (a) i po wypoziomowaniu (b)

Parametry profilu pierwotnego, falistości oraz chropowatości wyznacza się odpowiednio na długości:

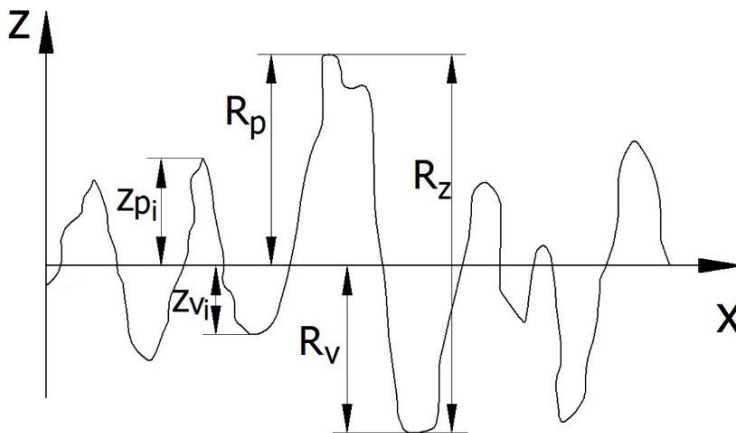
- odcinka elementarnego profilu pierwotnego l_p , który liczbowo jest równy odcinkowi pomiarowemu,
- odcinka elementarnego profilu falistości l_w , który liczbowo jest równy charakterystycznej długości fali filtru λ_f ,
- odcinka elementarnego profilu chropowatości l_r , który liczbowo jest równy charakterystycznej długości fali filtru λ_c .

Odcinek pomiarowy l_n definiowany jest jako długość określona na osi położonej w kierunku linii średniej stosowana do oceny profilu powierzchni. Odcinek pomiarowy zawiera jeden albo kilka odcinków elementarnych.

Parametry profilu powierzchni można podzielić na cztery grupy: pionowe, amplitudowe, poziome i mieszane [1]. Definicje poszczególnych parametrów zostały przyjęte zgodnie z normą PN-EN ISO 4287:1999.

2.1.1. Parametry pionowe

Parametry pionowe obejmują wysokości wzniesień i głębokości wgłębień profilu powierzchni. Na rys. 2.3 przedstawiono parametry pionowe profilu chropowatości powierzchni, oznaczane symbolem R . Podobnie można przedstawić parametry profilu pierwotnego (P) i falistości (W).



Rys. 2.3. Profil chropowatości powierzchni: R_p – wysokość najwyższego wzniesienia profilu R_v – głębokość najniższego wgłębienia profilu, R_z – największa wysokość profilu, Z_{p_i} – wysokość i -tego wzniesienia, Z_{v_i} – głębokość i -tego wgłębienia

Do parametrów pionowych zalicza się:

- wysokość najwyższego wzniesienia profilu,
- głębokość najniższego wgłębienia profilu,
- największą wysokość profilu,
- średnią wysokość elementów profilu,
- całkowitą wysokość profilu.

Wysokość najwyższego wzniesienia profilu (pierwotnego Pp , chropowości Rp , falistości Wp) jest to odległość od najwyżej położonego punktu najwyższego wzniesienia profilu Zp do linii średniej (osi x) wewnątrz odcinka elementarnego.

Głębokość najniższego wgłębienia profilu (pierwotnego Pv , chropowości Rv , falistości Wv) jest to odległość od najniżej położonego punktu najniższego wgłębienia profilu Zv do linii średniej (osi x) wewnątrz odcinka elementarnego.

Największa wysokość profilu (pierwotnego Pz , chropowości Rz^4 , falistości Wz) jest definiowana jako suma wysokości najwyższego wzniesienia profilu Zp oraz głębokości najniższego wgłębienia profilu Zv wewnątrz odcinka elementarnego.

Średnia wysokość elementów profilu (pierwotnego Pc , chropowości Rc , falistości Wc) jest to średnia wartość wysokości elementów profilu Zt wewnątrz odcinka elementarnego (rys. 2.4), co można zapisać:

$$Pc, Rc, Wc = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m Zt_i, \quad (2.1)$$

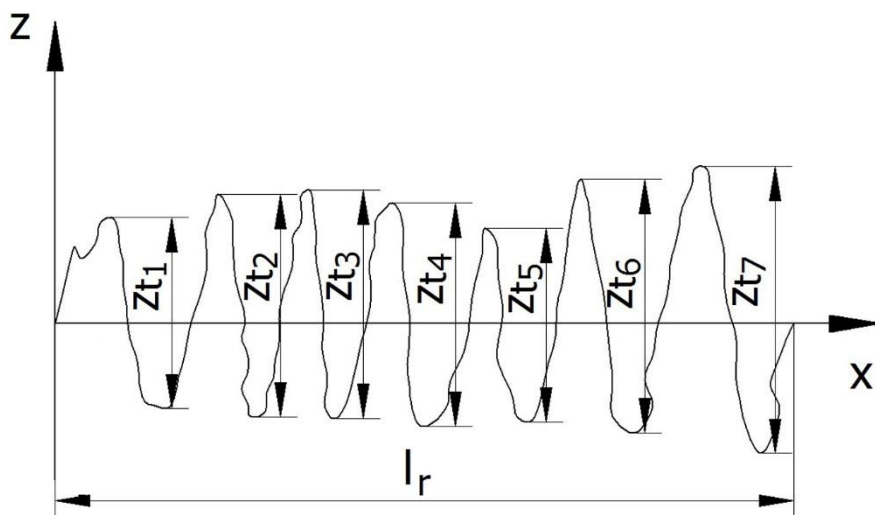
gdzie:

Zt_i – i -ta wysokość elementów profilu,

m – liczba elementów profilu wewnątrz odcinka elementarnego.

⁴ W dawniej stosowanej normie PN-87/M-04256 symbolem R_z oznaczana była wysokość chropowości według 10 punktów, którą definiowano jako sumę średniej arytmetycznej pięciu najwyższych wzniesień profilu Zp_i oraz pięciu najniższych wgłębień profilu Zv_i na długości odcinka elementarnego :

$$R_z = \frac{1}{5} \left(\sum_{i=1}^5 |zp_i| + \sum_{i=1}^5 |zv_i| \right)$$



Rys. 2.4. Graficzne przedstawienie średniej wysokości elementów profilu chropowości R_c

Całkowita wysokość profilu (pierwotnego P_t , chropowości R_t , falistości W_t) jest sumą wysokości najwyższego wzniesienia profilu Z_p i głębokości najniższego wgłębienia profilu Z_v wewnątrz odcinka pomiarowego. Parametry P_t , R_t , W_t są nie mniejsze od parametrów odpowiednio P_z , R_z , W_z .

2.1.2. Parametry amplitudowe

Do parametrów amplitudowych, które odnoszą się do wartości średnich rzędnych, zalicza się:

- średnią arytmetyczną rzędnych profilu,
- średnią kwadratową rzędnych profilu,
- współczynnik asymetrii profilu,
- współczynnik nachylenia profilu.

Średnia arytmetyczna rzędnych profilu (pierwotnego P_a , chropowości R_a , falistości W_a), którą definiuje się jako średnią arytmetyczną bezwzględnych wartości rzędnych $Z(x)$ wewnątrz odcinka elementarnego, obliczana jest z zależności:

$$P_a, R_a, W_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx \quad (2.2)$$

W powyższym wzorze l jest długością odcinka elementarnego. W zależności od obliczanego parametru Pa , Ra oraz Wa l przyjmuje się odpowiednio równe lp , lr oraz lw . Zależność (2.2) można przedstawić w postaci wzoru przybliżonego:

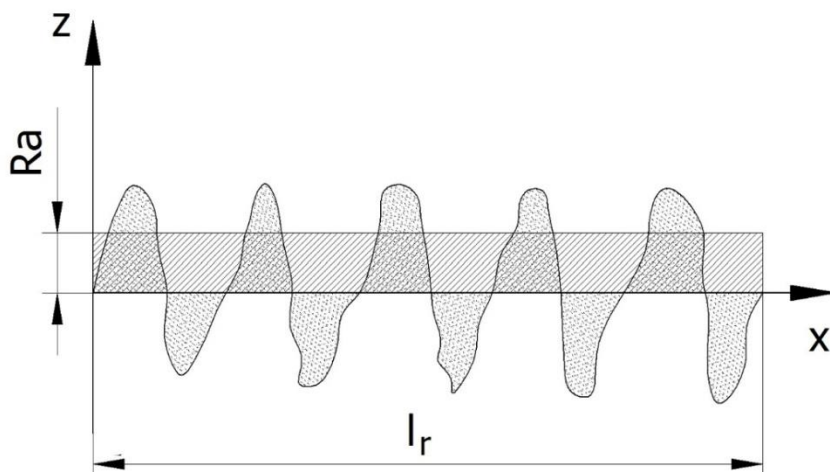
$$Pa, Ra, Wa = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |Z_i|, \quad (2.3)$$

gdzie:

Z_i – rzędna i -tego punktu profilu,

n – liczba punktów na osi x , dla których wyznaczana jest wartość Z_i .

Na rys. 2.5 przedstawiono w formie graficznej sposób wyznaczania parametru chropowatości Ra . Wartość parametru Ra odpowiada długości krótszego boku prostokąta, którego dłuższy bok jest równy długości odcinka elementarnego l_r , a pole tego prostokąta (obszar zakreskowany) jest równe sumie pól zakreślonych przez wzniesienia profilu nad osią x oraz pól zakreślonych przez wgłębienia pod osią x (obszar zakropkowany).



Rys. 2.5. Graficzne wyjaśnienie średniej arytmetycznej rzędnych profilu chropowatości Ra

Parametr Ra jest szeroko stosowany, szczególnie w przemyśle, mimo że na jego podstawie nie można wnioskować o wielu istotnych cechach profilu chropowatości. Zaleca się stosowanie tego parametru do monitorowania ustabilizowanych procesów [6].

Średnią kwadratową rzędnych profilu (pierwotnego Pq , chropowatości Rq , falistości Wq), definiowaną jako średnią kwadratów wartości rzędnych $Z(x)$ wewnątrz odcinka elementarnego, przedstawia się w postaci zależności:

$$Pq, Rq, Wq = \sqrt{\frac{1}{l}} \int_0^l Z^2(x) dx, \quad (2.4)$$

lub jako wzór przybliżony:

$$Pq, Rq, Wq = \sim \sqrt{\frac{1}{n}} \sum_{i=1}^n (Z_i)^2. \quad (2.5)$$

Oznaczenia we wzorach (2.4) i (2.5) są takie same jak we wzorach (2.2) i (2.3). Parametr Rq na ogół jest powiązany z parametrem Ra , wartość parametru Rq jest większa od wartości parametru Ra (dla profili losowych o około 25%) [6].

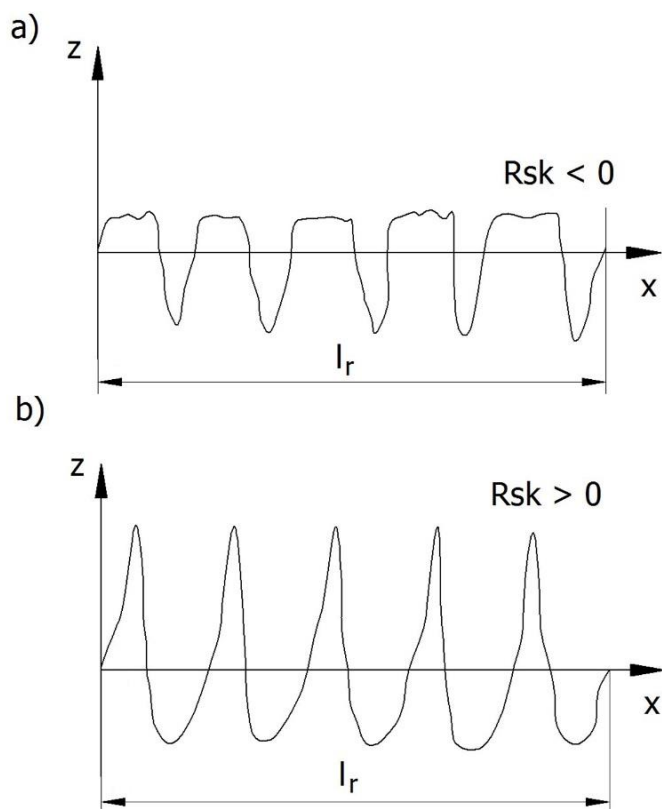
Współczynnik asymetrii profilu (pierwotnego Psk , chropowatości Rsk , faliściwości Wsk) jest ilorazem średniej wartości trzeciej potęgi rzędnych $Z(x)$ i trzeciej potęgi odpowiedniego parametru Pq , Rq lub Wq wewnątrz odcinka elementarnego. Do obliczania parametru Rsk stosuje się równanie:

$$Rsk = \frac{1}{Rq^3} \left[\frac{1}{lr} \int_0^{lr} Z^3(x) dx \right]. \quad (2.6)$$

Powyższe równanie może być zapisane w postaci wzoru przybliżonego (oznaczenia – jak wyżej):

$$Rsk = \sim \frac{1}{Rq^3} \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Z_i^3. \quad (2.7)$$

Na podstawie parametru Rsk można wnioskować o symetrii rozkładu rzędnych profilu względem linii średniej. Przykłady profilu chropowatości o ujemnym i dodatnim współczynniku asymetrii przedstawiono na rys. 2.6.



Rys. 2.6. Graficzne wyjaśnienie profilu chropowatości o ujemnym (a) i dodatnim (b) współczynniku asymetrii

Ujemna wartość współczynnika asymetrii profilu świadczy o tym, że wzniesienia profilu mają płaskie wierzchołki, natomiast wgłębienia mają długie wąskie szczeliny. W oparciu o wartość Rsk można wnioskować o zdolności danej powierzchni do przenoszenia obciążeń stykowych oraz o przewodności.

Współczynnik nachylenia profilu (pierwotnego Pku , chropowatości Rku i falistości Wku) jest równy ilorazowi średniej wartości czwartej potęgi $Z(x)$ i czwartej potęgi odpowiedniego parametru Pq , Rq Wq wewnątrz odcinka elementarnego. Zależność na współczynnik nachylenia profilu chropowatości ma postać:

$$Rku = \frac{1}{Rq^4} \left[\frac{1}{l_r} \int_0^{l_r} Z^4(x) dx \right]. \quad (2.8)$$

Wartość przybliżoną Rku można wyznaczyć ze wzoru:

$$Rku = \sim \frac{1}{Rq^4} \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Z_i^4. \quad (2.9)$$

W powyższych wzorach:

Rq – średnia kwadratowa rzędnych profilu chropowatości,

lr – długość odcinka elementarnego,

$Z(x)$ – równanie profilu chropowatości,

Z_i – rzędna i -tego punktu profilu chropowatości,

n – liczba punktów na osi x , dla których wyznaczana jest wartość Z_i .

Podobnie jak parametr Rku definiuje się współczynnik nachylenia profilu pierwotnego Pku oraz falistości Wku .

We wzorze na współczynnik nachylenia profilu Rku rzędne profilu występują w czwartej potęgze, a zatem wartości parametru Rku w dużym stopniu zależą od wysokości wzniesień i głębokości wgłębień profilu. W przypadku, gdy rozkład rzędnych profilu jest rozkładem normalnym, to $Rku = 3$, natomiast dla profilu o bardzo smukłych wzniesieniach wartość tego parametru może przekraczać 20. Na podstawie wartości Rku można wnioskować o wadach powierzchniowych [6].

2.1.3. Parametry poziome

Parametrem poziomym jest średnia szerokość rowków elementów profilu (pierwotnego PSm , chropowatości RSm , falistości WSm), definiowana jako wartość średnia szerokości elementów profilu Xs wewnątrz odcinka elementarnego:

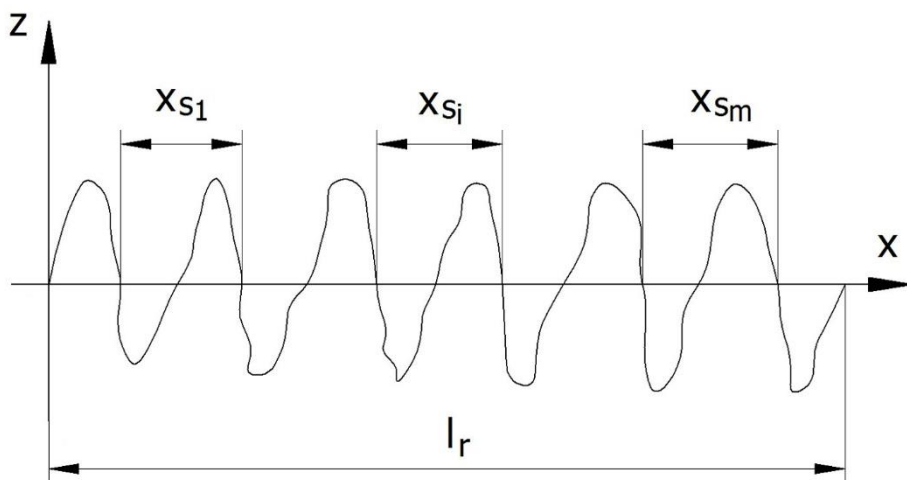
$$PSm, RSm, WSm = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m Xs_i, \quad (2.10)$$

gdzie:

Xs_i – szerokość i -tego elementu profilu,

m – liczba elementów profilu.

Na rys. 2.7 przedstawiono szerokości rowków elementów profilu. W zależności od wyznaczanego parametru (PSm , RSm , WSm) odcinek 1 jest równy lp , lr lub lw .



Rys. 2.7. Graficzne wyjaśnienie szerokości rowków elementów profilu

Wymagane jest ustalenie kroku dyskretyzacji pionowej i poziomej. Norma PN-EN ISO 4287: 1999 zaleca stosowanie kroku dyskretyzacji pionowej równego 10% Pz , Rz , Wz odpowiednio dla parametrów PSm , RSm i WSm (pod uwagę brane są tylko elementy profilu, dla których odległość najwyższego punktu wzniesienia od linii średniej wynosi co najmniej 10% najwyższej wysokości profilu) oraz kroku dyskretyzacji poziomej równego 1% odcinka elementarnego.

2.1.4. Parametry mieszane

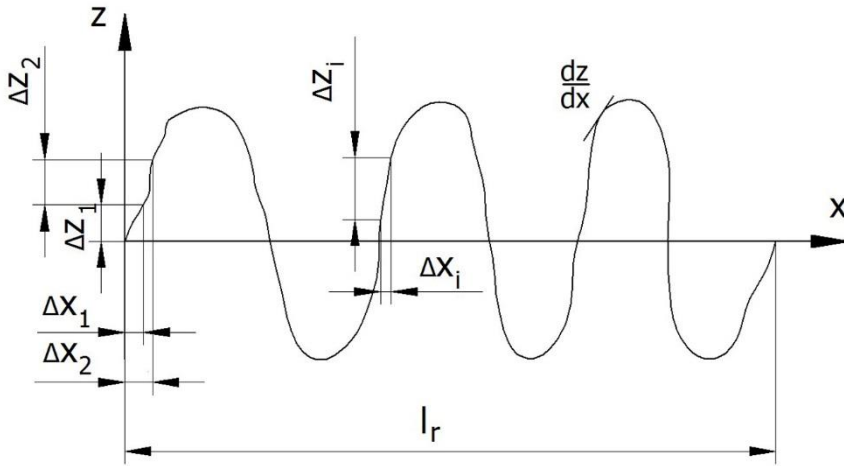
Parametrem mieszanym jest średni kwadratowy wznios profilu (pierwotnego $P\Delta q$, chropowości $R\Delta q$, falistości $W\Delta q$), który jest wartością średniej kwadratowej miejscowych wzniosów profilu dZ/dX wewnątrz odcinka elementarnego. Parametr ten oblicza się według zależności:

$$P\Delta q, R\Delta q, W\Delta q = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l \left[\frac{dZ}{dX} \right]^2 dx}. \quad (2.11)$$

Wartość przybliżoną średniego kwadratowego wzniosu profilu wyznacza się ze wzoru:

$$P\Delta q, R\Delta q, W\Delta q \cong \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left[\frac{\Delta Z_i}{\Delta X_i} \right]^2}. \quad (2.12)$$

Sposób wyznaczania parametru $R\Delta q$ przedstawiono na rys. 2.8.



Rys. 2.8. Graficzne wyjaśnienie średniego kwadratowego wzniosu profilu chropowatości

Parametr $R\Delta q$ jest wykorzystywany do oceny zmian geometrii profilu wskutek zużycia, do analizy skrawalności różnych materiałów i testowania warunków obróbki, a także do analizy powierzchni przed nakładaniem powłok [6].

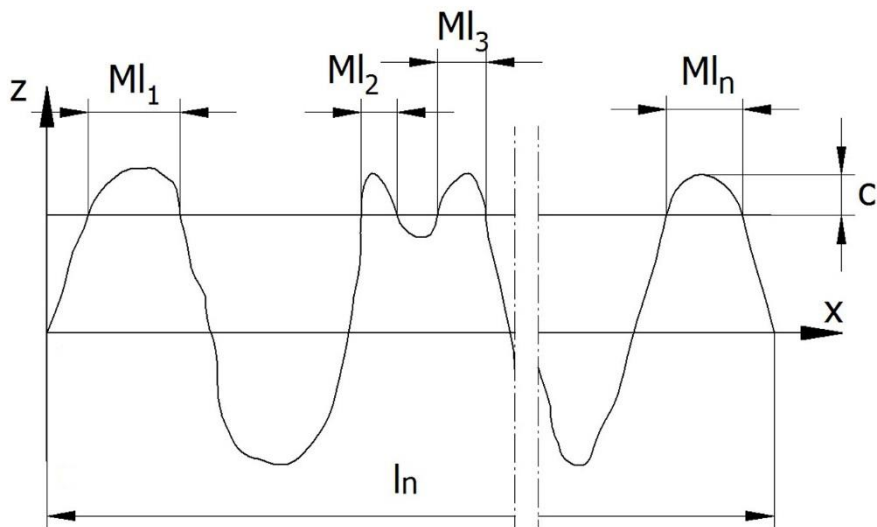
2.1.5. Udział materiałowy i krzywa udziału materiałowego profilu

Udział materiałowy profilu (pierwotnego $Pmr(c)$, chropowatości $Rmr(c)$, faliistości $Wmr(c)$) jest definiowany jako iloraz długości materiałowych elementów profilu $Ml(c)$ na zadanym poziomie c oraz długości odcinka pomiarowego ln :

$$Pmr(c), Rmr(c), Wmr(c) = \frac{Ml(c)}{ln}. \quad (2.13)$$

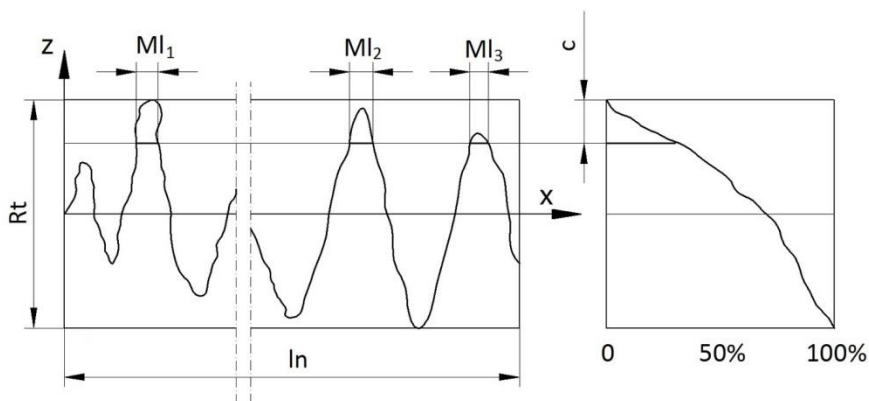
Udział materiałowy często wyrażany jest w procentach. Wówczas wartość obliczoną z równania (2.13) należy pomnożyć przez 100%.

Długość materiałowa elementów profilu $Ml(c)$ na zadanym poziomie c jest równa sumie odcinków ($Ml_1, Ml_2...Ml_n$), które powstały wskutek przecięcia elementów profilu linią równoległą do linii średniej, położoną w odległości c od linii również równoległej do linii średniej i przechodzącej przez najwyższy punkt profilu (rys. 2.9).



Rys. 2.9. Graficzne wyjaśnienie średniej długości materiałowej profilu

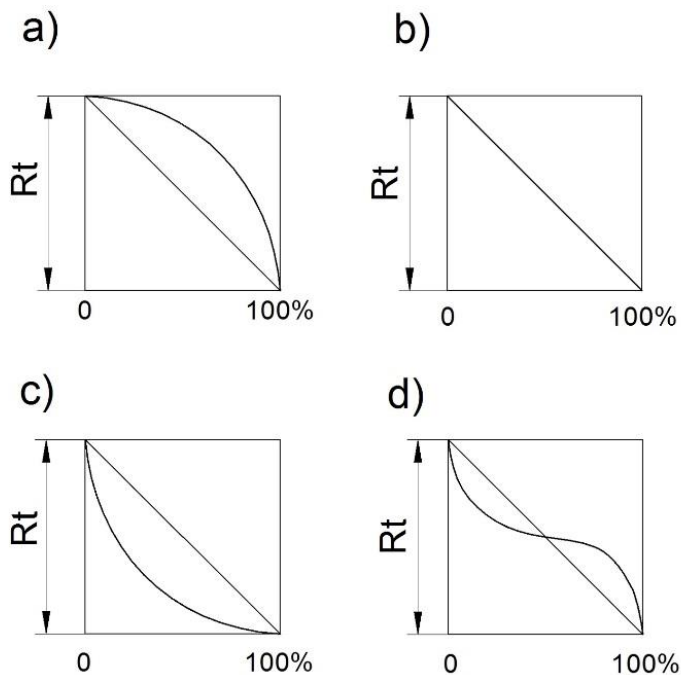
Krzywą udziału materiałowego profilu nazywana jest krzywa przedstawiająca udział materiałowy profilu na danym poziomie c (często wyrażany w procentach) w funkcji odległości c od linii przechodzącej przez najwyższy punkt profilu i równoległej do linii średniej (rys. 2.10). Krzywa ta nazywana jest również krzywą Abbotta – Firestone’a.



Rys. 2.10. Graficzne wyjaśnienie krzywej udziału materiałowego

W zależności od kształtu profilu otrzymuje się różną postać krzywej udziału materiałowego. Wyróżnia się następujące rodzaje krzywych udziału materiałowego.

wego: progresywne, proporcjonalne, degresywne i mieszane (degresywno-progresywne, progresywno-degresywne, proporcjonalno-degresywne itp.). Przykładowe krzywe udziału materiałowego profilu przedstawiono na rys. 2.11.



Rys. 2.11. Rodzaje krzywych udziału materiałowego profilu: a) progresywna, b) proporcjonalna, c) degresywna, d) degresywno-progresywna (przykład mieszanej)

Na podstawie kształtu krzywej udziału materiałowego profilu można wnioskować o odporności danej powierzchni na zużycie tribologiczne. Progresywna krzywa udziału materiałowego oznacza, że analizowana powierzchnia ma „zaokrąglone” wzniesienia mikronierówności i jest bardziej odporna na zużycie niż powierzchnie o degresywnym kształcie tych krzywych.

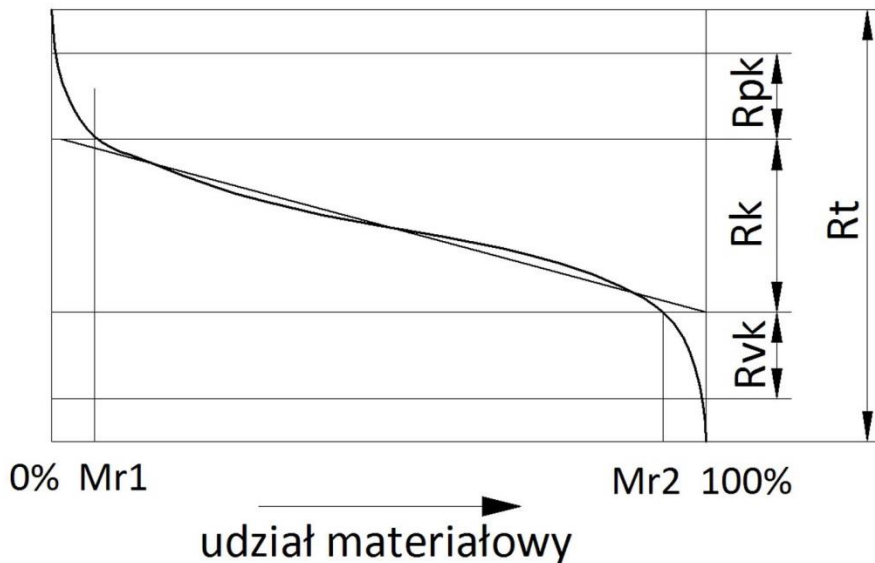
Kształt krzywej udziału materiałowego opisywany jest za pomocą parametrów wyznaczanych na podstawie tej krzywej. Wyróżnia się trzy obszary w obrębie krzywej udziału materiałowego:

- obszar wzniesień profilu,
- obszar rdzenia profilu,
- obszar wgłębień profilu.

Wyróżnia się następujące parametry krzywej udziału materiałowego profilu chropowatości powierzchni (rys. 2.12):

- zredukowana wysokość wzniesień Rpk – średnia wysokość wysokich wzniesień położonych ponad rdzeniem profilu chropowatości,
- głębokość rdzenia chropowatości Rk – głębokość części środkowej profilu, wyznaczona przez prostą linearyzującą krzywą udziału materiałowego,
- zredukowana głębokość wgłębień Rvk – średnia głębokość głębokich wgłębień znajdujących się pod rdzeniem profilu chropowatości.

Pojedyncze najwyższe wzniesienia i najniższe wgłębienia nie są uwzględniane przy wyznaczaniu parametrów Rpk i Rvk , gdyż nie mają one wpływu na funkcjonowanie elementów maszyn [6]. Udział materiałowy $Mr1$ odpowiada górnej granicy rdzenia profilu, a udział materiałowy $Mr2$ – dolnej granicy rdzenia.

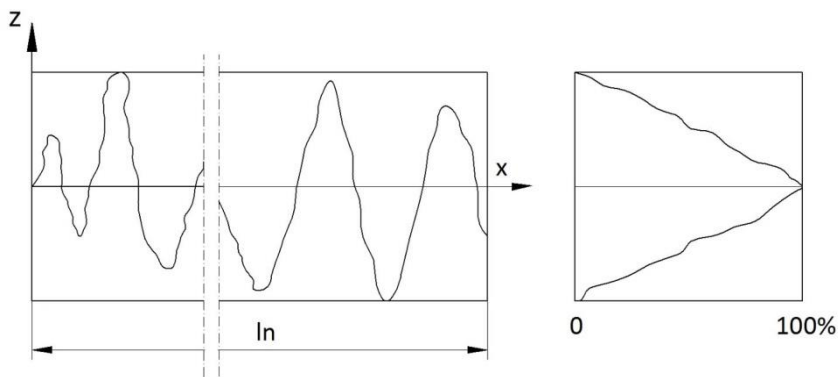


Rys. 2.12. Graficzne wyjaśnienie parametrów krzywej udziału materiałowego profilu chropowatości

Na podstawie parametrów krzywej udziału materiałowego można prognozować przebieg procesu eksploatacji elementów maszyn. W przypadku dużej wartości parametru Rpk powierzchnia charakteryzuje się dużymi wzniesieniami, co powoduje, że we współpracy z inną powierzchnią pole kontaktu jest małe, z czym wiąże się występowanie dużego nacisku jednostkowego. Parametr Rk obrazuje chropowatość przenoszącą naciski po dotarciu danego elementu. Natomiast parametr Rvk umożliwia ocenę zdolności danej powierzchni do utrzymania medium smarującego [6].

2.1.6. Krzywa gęstości amplitudowej

Krzywa gęstości amplitudowej wartości rzędnych $Z(x)$ profilu, nazywana też rozkładem rzędnych profilu, jest to, przy dyskretnym definiowaniu profilu, funkcja liczby punktów profilu zawartego wewnątrz obszaru między dwoma położonymi blisko siebie liniami równoległymi do linii średniej w stosunku do wszystkich punktów profilu w zależności od głębokości przecięcia profilu tymi liniami [6]. Wartości tej funkcji mogą być wyrażane w procentach (rys. 2.13).



Rys. 2.13. Graficzne wyjaśnienie krzywej gęstości amplitudowej

Krzywa gęstości amplitudowej wyznaczana jest na długości odcinka pomiarowego.

2.2. Wady powierzchni

2.2.1. Przyczyny powstawania wad powierzchni

Wadą nazywana jest niezgodność określonej właściwości przedmiotu z założonymi wymaganiami technicznymi. Na powierzchniach przedmiotów występują różnego rodzaju niespecyficzne elementy SGP, które określane są mianem wad powierzchni. Do głównych przyczyn powstawania wad powierzchni zalicza się:

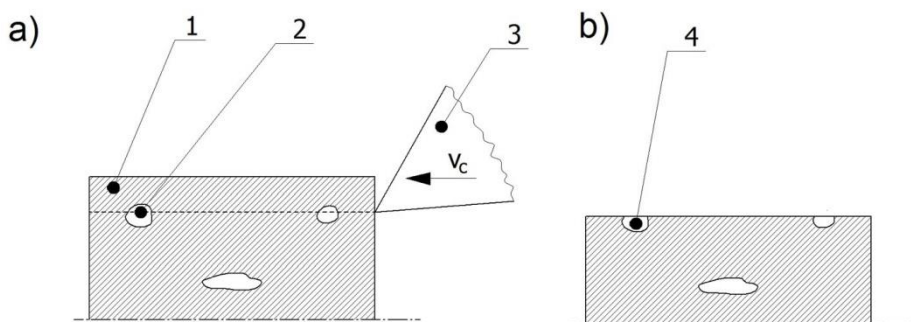
- oddziaływanie na powierzchnię danego przedmiotu innych ciał,
- naprężenia i wady materiału,
- korozję,
- erozję.

Wady powierzchni przedmiotów wskutek oddziaływania innych ciał mogą powstawać podczas wytwarzania, transportu oraz eksploatacji tych przedmio-

tów. Podczas obróbki skrawaniem przedmiotu może nastąpić zarysowanie powierzchni przez przemieszczające się wióry, mogą też powstać taśmowate wzniesienia wskutek niewłaściwego oddzielania wiórów. Niewłaściwe zabezpieczenia przedmiotów podczas transportu może prowadzić do ich wzajemnego oddziaływania, powodując powstawanie różnego rodzaju wgłębień na ich powierzchni. Przykładem wad powstających w procesie eksploatacji mogą być wady spowodowane przedostaniem się obcego ciała między dwie współpracujące powierzchnie.

Wady powierzchni mogą powstawać wskutek zbyt dużych naprężeń powstających podczas wytwarzania przedmiotów, Przykładem mogą być pęknięcia hartownicze spowodowane zbyt szybkimi zmianami temperatury podczas hartowania przedmiotów. Również duże naprężenia podczas eksploatacji mogą powodować pęknięcia na powierzchni przedmiotów.

Przykład wad powierzchni spowodowanych przez wady materiału przedstawiono na rys. 2.14. W przedmiocie przed obróbką skrawaniem (rys. 2.14a) występują wewnętrzne wady materiału 2. Po usunięciu warstwy skrawanej 1 za pomocą ostrza narzędzia 3 wady materiału 2 są widoczne na powierzchni obrabianej 4 (rys. 2.14b) jako wady powierzchni 4.



Rys. 2.14. Powstawanie wad powierzchniowych po obróbce skrawaniem przedmiotu z wadami materiałowymi

Korozja jest to stopniowe niszczenie materiału wskutek chemicznego lub elektrochemicznego oddziaływania otaczającego środowiska. Korozji ulegają głównie metale i ich stopy, ale również tworzywa niemetalowe. Korozja może zachodzić równomiernie na całej powierzchni materiału oraz nierównomiernie (np. korozja szczelinowa lub wżerowa).

Proces erozji zachodzi podczas oddziaływania na ciało stałe znajdujących się w ruchu płynów (cieczy, gazów). Erozyjne oddziaływanie strugi płynu wywołu-

je skutki spowodowane tarcieniem cząstek płynu o ciało stałe oraz uderzeniami tych cząstek w powierzchnię ciała. Tarcie powoduje rozluźnienie warstw wierzchnich ciała stałego i wymywanie elementów jego struktury. Uderzenia płynu mogą spowodować wyrwania cząstek z warstwy wierzchniej ciała, pęknięcia i następujące po nich odrywanie fragmentów ciała [3].

2.2.2. Rodzaje wad powierzchni

Powstające podczas procesu wytwarzania i eksploatacji elementów maszyn wady powierzchni charakteryzują się dużą różnorodnością [2, 5]. Do najważniejszych wad powierzchni można zaliczyć:

- rysy,
- bruzdy,
- pęknięcia,
- kratery,
- wżery,
- zadziory.

Rysą nazywane jest płytkie, wąskie, liniowe wgłębienie na powierzchni przedmiotu. Przyczyną powstawania rys może być oddziaływanie na daną powierzchnię bardzo ostrym przedmiotem, szlifowanie ściernicą o zbyt dużych ziarnach, działanie środowiska korozyjnego (tzw. rysy korozyjne).

Bruzda jest to płytkie liniowe wgłębienie, o dużej szerokości w stosunku do głębokości. Bruzdy powstają wskutek ruchu obcego ciała wgniecionego w daną powierzchnię.

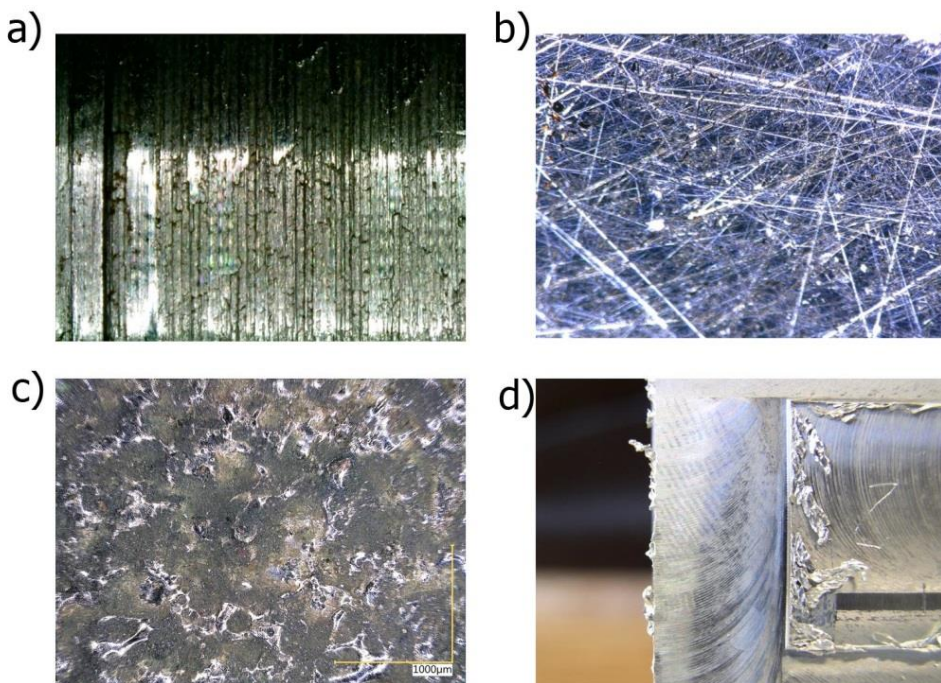
Pęknięcia, które mają postać wąskich głębokich wgłębień, powstają wskutek oddziaływania na ciało sił zewnętrznych albo wewnętrznych. Pęknięcia mogą powstawać na etapie wytwarzania danego przedmiotu, na przykład pęknięcia hartownicze, których przyczyną są duże naprężenia w procesie hartowania, podobnie – pęknięcia odlewnicze czy spawalnicze. Wady w postaci pęknięć mogą pojawiać się na powierzchni elementów podczas ich eksploatacji. Przykładem mogą być pęknięcia zmęczeniowe, które powstają gdy na znajdujący się w środowisku korozyjnym przedmiot działają naprężenia rozciągające (zewnętrzne lub wewnętrzne).

Krater jest to wgłębienie o zarysie zbliżonym do okręgu, którego krawędzie znajdują się powyżej rozpatrywanej powierzchni. Kratery mogą powstawać wskutek iskrzenia podczas przepływu prądu elektrycznego, w wyniku uderzenia w daną powierzchnię innym przedmiotem, a także w miejscu nagłego przerwania spawania.

Wżery mają kształt nieregularnych wgłębień, które mogą powstać wskutek niewłaściwego przebiegu hartowania (tzw. wżery hartownicze) jak i z powodu korozji wżerowej.

Zadziory są to ostre, o nieregularnym kształcie występy odkształconego plastycznie materiału na powierzchni przedmiotu w pobliżu jego krawędzi. Zadziory powstają podczas obróbki skrawaniem, a także podczas tłoczenia blach.

Na rys. 2.15a ukazano przykład bruzd powstałych po toczeniu, które mogły powstać na skutek tworzenia się chwilowego narostu na ostrzu narzędzia i zaburzonymi warunkami skrawania. Rys. 2.15b przedstawia rysy po chropowaceniu papierem ściernym. Z kolei na rys. 2.15c widoczne są miejscowe przypalenia po obróbce elektroerozyjnej, natomiast na rys. 2.15d przedstawiono zadziory na krawędziach przedmiotu po frezowaniu.



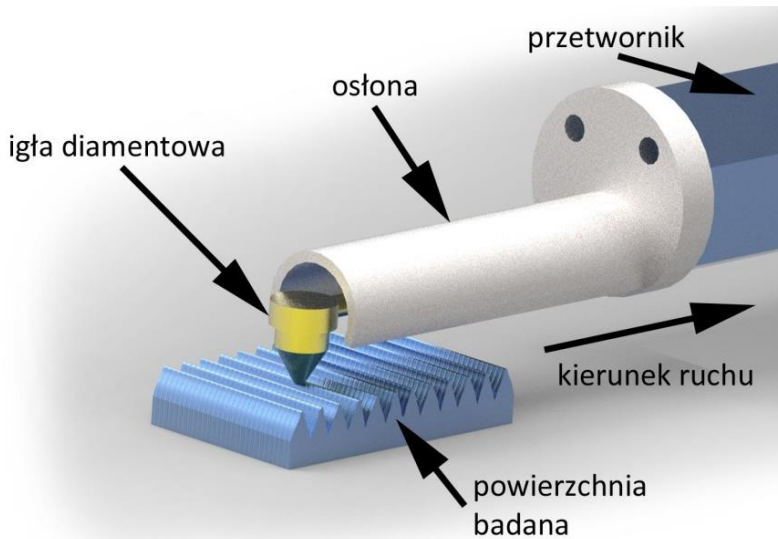
Rys. 2.15. Przykłady wad powierzchniowych: a) bruzdy, b) rysy), c) przypalenia, d) zadziory

2.3. Przyrządy do pomiaru chropowatości i falistości powierzchni

Jedną z podstawowych cech elementów maszyn jest chropowatość powierzchni. Wymagania związane z jakością powierzchni są zróżnicowane, w zależności od przeznaczenia danego elementu. Inne będą wymagania co do jakości powierzchni elementów krytycznych, dodatkowo współpracujących z innymi elementami w złożeniu, a inne dla mało odpowiedzialnych części stanowiących element korpusu, obudowy z przeznaczeniem do naniesienia powłoki lakierowej. Generalnie zmniejszenie chropowatości powierzchni wymaga poniesienia dodatkowych kosztów, wykonania jakiejś pracy, zaplanowania dodatkowej operacji, dlatego też decyzja ta musi mieć uzasadnienie. Na rysunkach wykonawczych, w dokumentacji procesów technologicznych zawsze podawana jest informacja o wymaganej chropowatości w postaci odpowiednich symboli oraz wartości parametrów chropowatości. Wiąże się to z koniecznością poznania w sposób ilościowy informacji o nierównościach powierzchni. Na wybór urządzenia do pomiaru chropowatości wpływa szereg czynników jak rozmiar urządzenia, jego uniwersalność, metoda pomiarowa czy względy ekonomiczne. Większość zakładów produkcyjnych w swojej strukturze zawiera komórki kontroli jakości, z wydzielonymi pomieszczeniami w celu odizolowania od zakłóceń strefy produkcyjnej. Niekiedy wymagana jest kontrola chropowatości w trakcie procesu, co wymusza konieczność pomiaru w strefie obróbki, dlatego też urządzenia te mogą mieć charakter stacjonarny lub przenośny. Przyrządy pomiarowe swoje działanie opierają na wykorzystaniu jednej z kilku dostępnych metod pomiarowych. Do najważniejszych i najpopularniejszych należą metody:

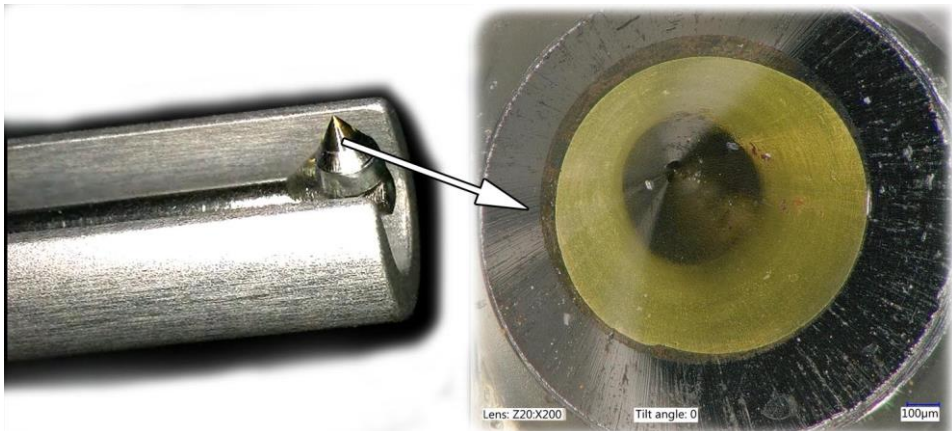
- stykowe,
- optyczne,
- porównawcze i inne.

Metody stykowe polegają na tym, że końcówka pomiarowa w postaci igły diamentowej jest w kontakcie (styku) z powierzchnią przedmiotu badanego i przesuwa się po niej z określoną prędkością na zadanym odcinku. Prędkość ta musi być dostatecznie mała, aby przesuwaną się po nierównościach igła była w ciągłym kontakcie z badaną powierzchnią. Na rys. 2.16 przedstawiono zasadę pomiaru chropowatości metodą stykową. Ruchy igły w kierunku pionowym są przekształcane przez przetwornik w sygnał elektryczny a dalej na sygnał cyfrowy w celu wyznaczenia wymaganych parametrów chropowatości powierzchni.



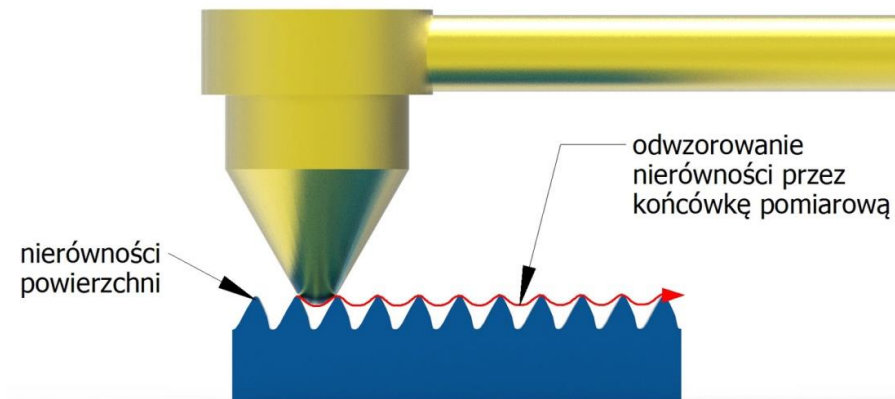
Rys. 2.16. Zasada pomiaru chropowatości metodą stykową

Widok rzeczywisty igły diamentowej, która przemieszcza się po mierzonej powierzchni w celu odwzorowania nierówności zaprezentowano na rys. 2.17.



Rys. 2.17. Widok igły diamentowej

Z uwagi na to, że igła pomiarowa ma określony promień zaokrąglenia, najczęściej 2 lub 5 mikrometrów, nie jest w stanie idealnie odwzorować wszystkich nierówności powierzchni, co zobrazowano na rys. 2.18. Dla mniejszego promienia zaokrąglenia dokładność odwzorowania nierówności jest lepsza, jednak igła ulega zużyciu w krótszym czasie i jest mniej odporna na uderzenia.



Rys. 2.18. Niedokładność odwzorowania nierówności przez końcówkę pomiarową

Najpopularniejszą a zarazem najbardziej zróżnicowaną konstrukcyjnie grupą urządzeń do pomiaru chropowatości są profilometry stykowe. Na rys. 2.19 przedstawiono niewielki laboratoryjny profilografometr Surtronic 3+ firmy Taylor Hobson.



Rys. 2.19. Widok profilografometru laboratoryjnego Surtronic 3+ firmy Taylor - Hobson

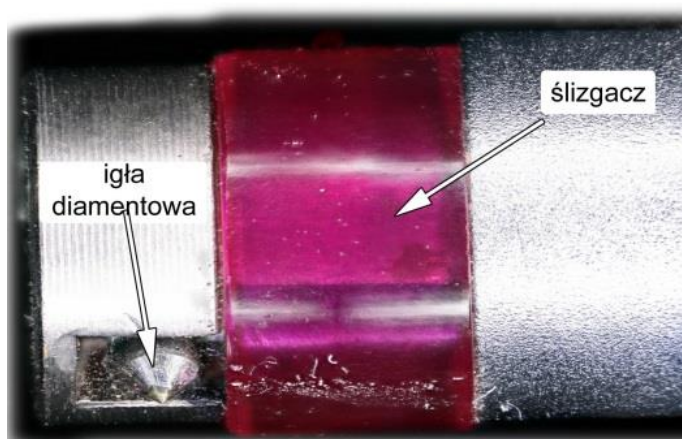
W celu możliwości szybkiego pomiaru chropowatości elementów o różnej wysokości urządzenie wyposażone jest w szynę, stanowiącą prowadnik dla ruchomego suwaka z końcówką pomiarową, co przedstawiono na rys. 2.20. Dodatkowo szyna ma możliwość obrotu tak, aby umożliwić pomiar na pionowych ściankach. Głowica pomiarowa wyposażona jest w ślizgacz, który spełnia funkcję filtra mechanicznego odseparowując falistość. Istnieje wiele rozwiązań konstrukcyjnych ślizgaczy. Na rys. 2.21 przedstawiono głowicę pomiarową ze śli-

zgaczem w kształcie pierścienia o pewnym promieniu zaokrąglenia. Ślizgacz przesuwa się po nierównościach, a pomiar chropowatości polega na ruchu igły diamentowej względem ślizgacza.



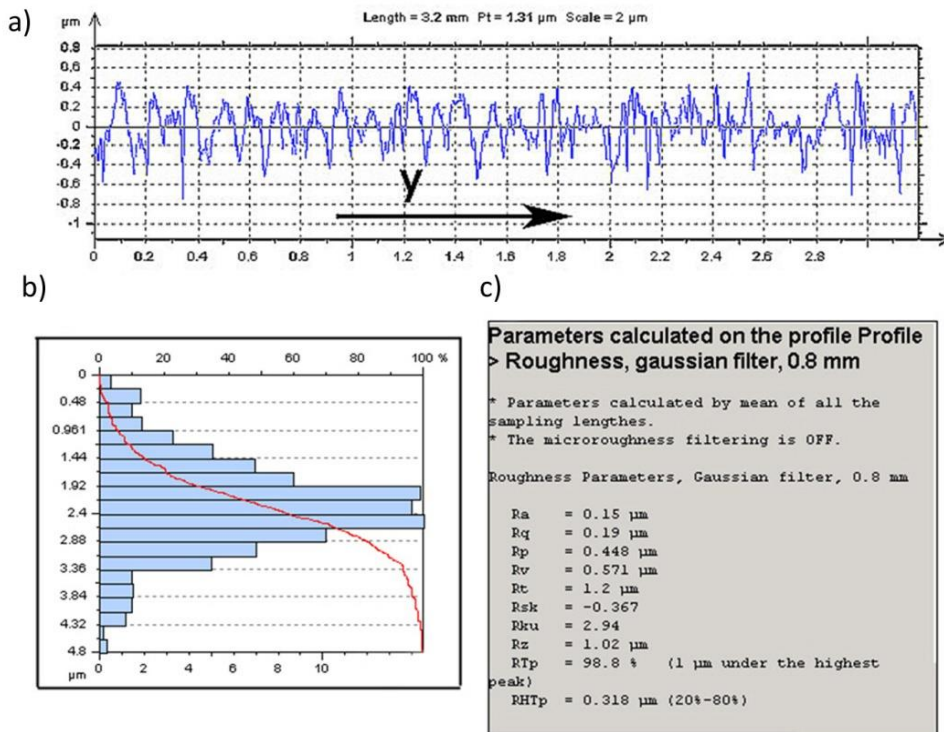
Rys. 2.20. Ustawienie końcówki do pomiaru: a) powierzchni poziomych, b) powierzchni pionowych

Istnieje możliwość odczytu z wyświetlacza podstawowych parametrów chropowatości, takich jak, R_a , R_q , R_z , R_t , R_y , R_{Sm} , a przyciski służą między innymi do zmiany długości odcinka pomiarowego. Możliwości pomiarowe znacząco rozszerzają się po wyeksportowaniu profilu za pomocą złącza RS232 do aplikacji komputerowej. Na rys. 2.22 przedstawiono przykładowy protokół z pomiaru powierzchni po obróbce szczotkowaniem.



Rys. 2.21. Widok głowicy pomiarowej ze ślizgaczem

Protokół oprócz analizy podstawowych parametrów chropowatości pozwala na wyznaczenie krzywej udziału materiałowego, analizy wygenerowanego profilu pierwotnego, chropowatości i falistości.



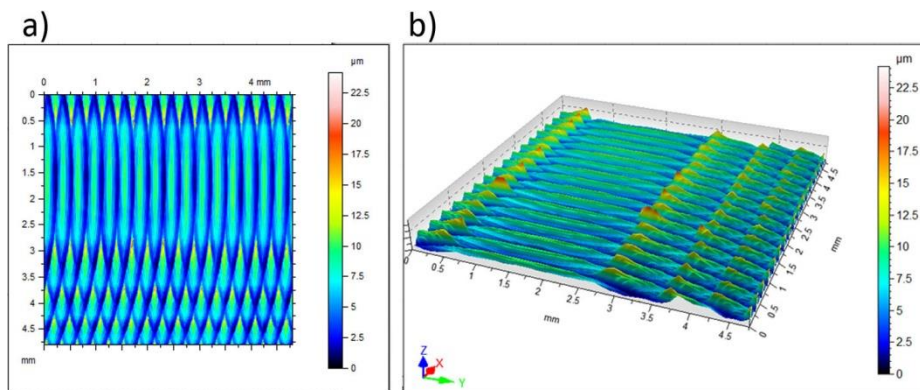
Rys. 2.22. Protokół z pomiaru: a) widok profilu powierzchni, b) krzywa udziału materiałowego, c) tabela z parametrami chropowatości

W wielu przypadkach wymagana jest międzyoperacyjna kontrola jakości powierzchni. Na rys. 2.23 przedstawiono urządzenie Hommel Tester T1000, w którym odseparowano część z końcówką pomiarową od układu zapewniającego przetwarzanie, wyświetlanie, sterowanie czy też wydruk profilogramów. Zasada pracy urządzenia jest taka sama jak w przypadku poprzednio omawianego profilografometru laboratoryjnego. Niewielki rozmiar głowicy pomiarowej, wyposażonej w klawisz "start" pozwala w wygodny sposób dokonać pomiaru chropowatości bezpośrednio w strefie skrawania. Mobilność urządzenia zwiększa możliwość zasilania z akumulatora.



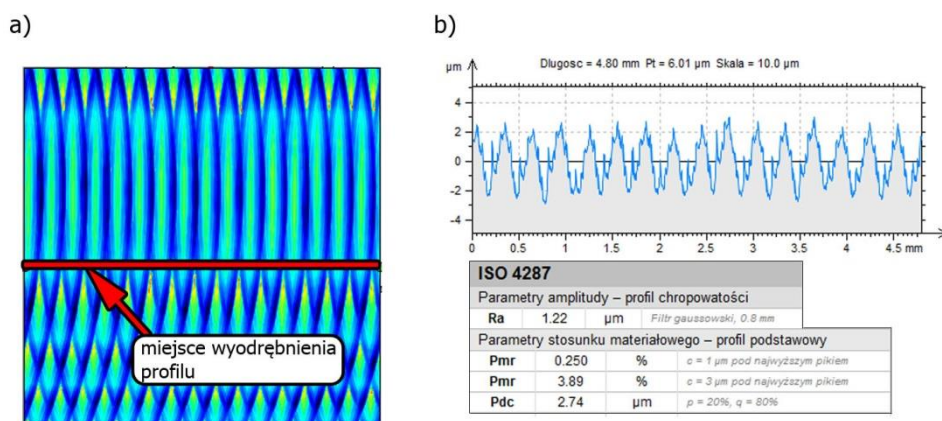
Rys. 2.23. Urządzenie do pomiaru chropowatości Hommel Tester T1000

Najbardziej zaawansowaną grupą urządzeń stykowych są profilografometry do analizy topografii powierzchni. Z uwagi na fakt, że większość elementów maszyn współpracuje będąc w kontakcie powierzchniowym, uzasadnione jest podejście, w którym chropowatość powierzchni także analizuje się w zakresie przestrzennym. W niektórych przypadkach wnioskowanie na podstawie profilu dwuwymiarowego jest niewystarczające lub może dawać błędne rezultaty. Przykładem może być analiza powierzchni po frezowaniu czołowym. Na rys. 2.24a przedstawiono topografię powierzchni po frezowaniu z charakterystycznymi śladami będącymi kinematyczno-geometrycznym odwzorowaniem zarysu krawędzi skrawających ostrzy w przedmiocie obrabianym. Z kolei na rys. 2.24b widoczny jest obraz przestrzenny tej powierzchni. Widoczne są obszary zróżnicowanej kierunkowości struktury z wyraźnie różnymi wartościami wzniesień.



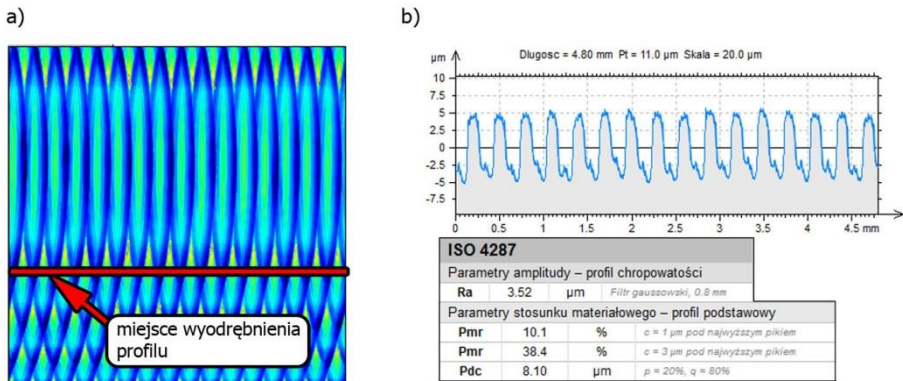
Rys. 2.24. Powierzchnia po frezowaniu: a) ślady po obróbce, b) obraz przestrzenny

Na rys. 2.25a przedstawiono topografię powierzchni (ukazanej na rys. 2.22) z zaznaczonym miejscem wyodrębnienia profilu wraz z wyznaczonymi parametrami chropowości (rys. 2.25b).



Rys. 2.25. Analiza chropowości powierzchni: a) topografia powierzchni, b) wyodrębniony profil (parametr Ra = 1,22μm)

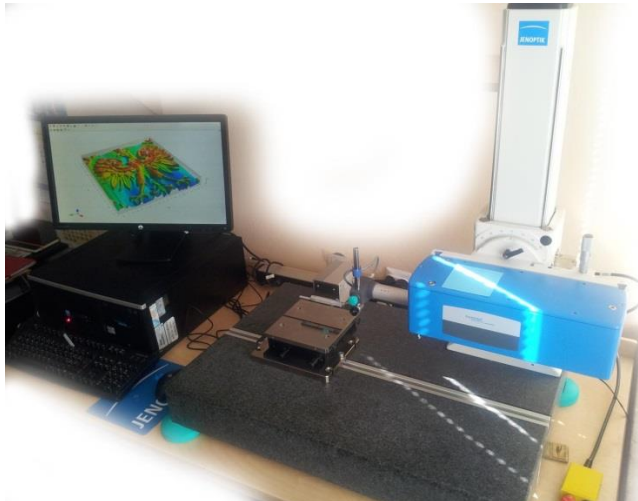
Z kolei na rys. 2.26a przedstawiono tę samą topografię powierzchni z innym, w stosunku do poprzedniego, miejscem wyodrębnienia profilu widocznego na rys. 2.26b. Wartości parametrów Ra wynoszą odpowiednio 1,22 μm i 3,52 μm.



Rys. 2.26. Analiza chropowatości powierzchni: a) topografia powierzchni, b) wyodrębniony profil (parametr Ra = 3,52 μm)

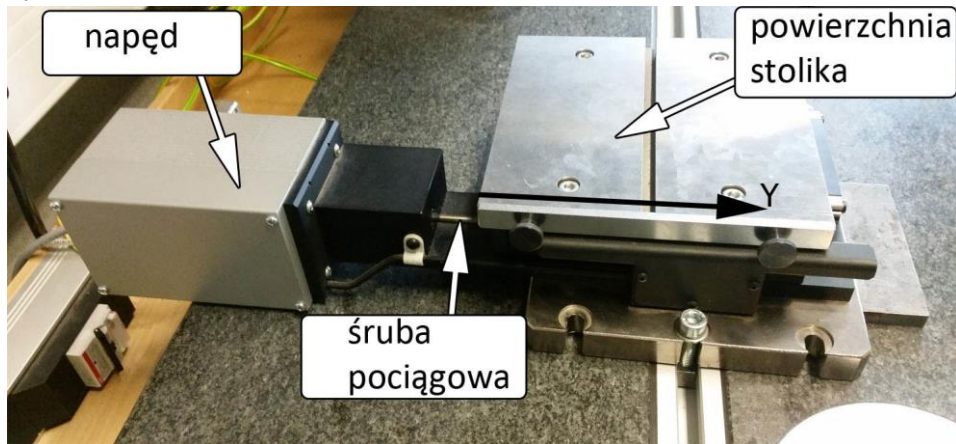
Niemal trzykrotna różnica w wartości parametru Ra uzależniona jest jedynie od miejsca na powierzchni frezowanej, w którym wykonywany jest pomiar. W celu uniknięcia tego typu błędów podczas analizy parametrów chropowatości z profilu dwuwymiarowego konieczne jest stosowanie dodatkowego oprzyrządowania zapewniającego powtarzalne ustawianie miejsca pomiaru, jednak w wielu przypadkach, szczególnie przy konieczności wykonania pomiaru w strefie obróbki, może to sprawić trudności. Dlatego też, aby uniknąć tego typu błędów, konieczna jest analiza chropowatości 3D.

Na rys. 2.27 zaprezentowano urządzenie do pomiaru konturu, chropowatości oraz topografii 3D T8000 RC120-400 firmy Hommel-Etamic.



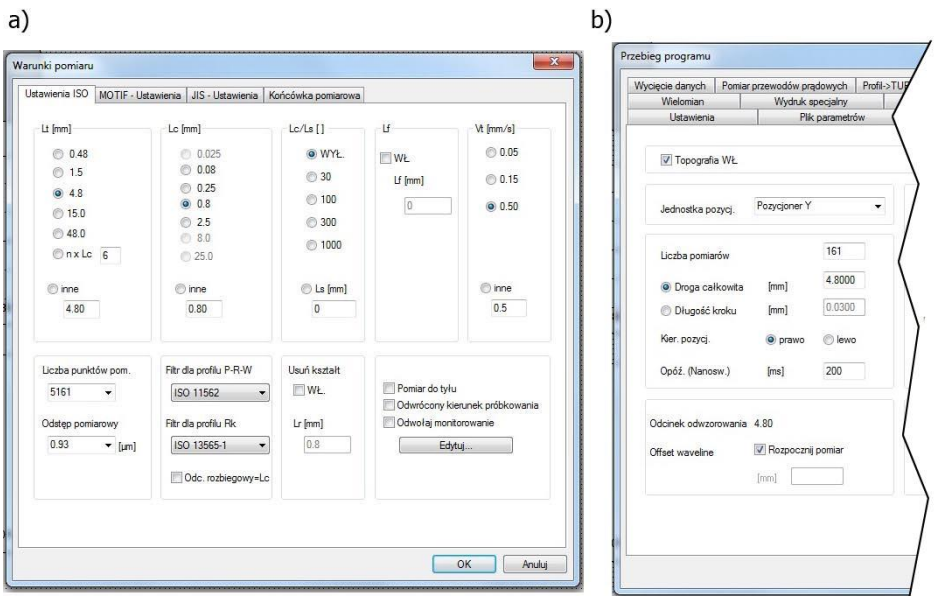
Rys. 2.27. Profilografometr 3D T8000 RC120-400 firmy Hommel-Etamic

Urządzenie o budowie modułowej zapewniające pomiar chropowatości, konturu oraz topografii 3D. Ocena cech chropowatości i konturu odbywa się z zastosowaniem jednolitego interfejsu użytkownika, pozwalającego na obliczanie wszystkich znormalizowanych parametrów profilu chropowatości i falistości oraz ocenę cech geometrycznych takich jak odległości, kąty, promienie, itp. Do pomiarów topografii wykorzystuje się stolik z własnym napędem, umożliwiającym sterowanie przemieszczaniem mierzonego elementu w kierunku osi Y (rys. 2.28).



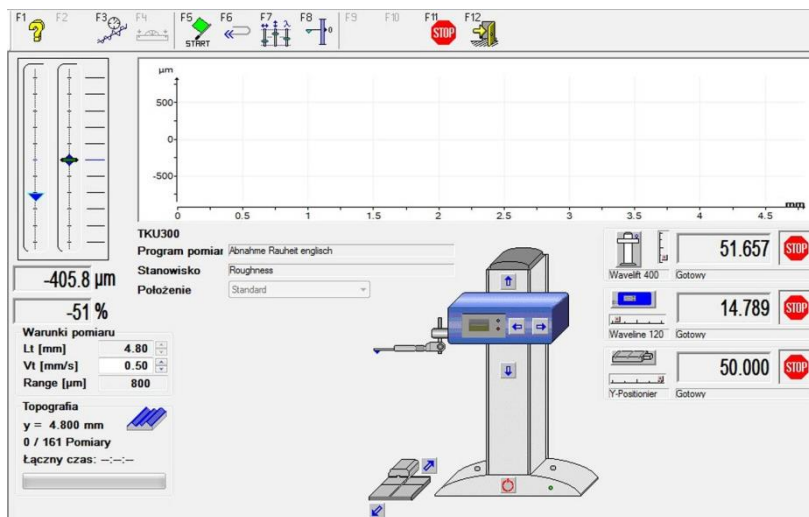
Rys. 2.28. Stolik z napędem do pomiaru chropowatości 3D

W celu wykonania mapy 3D o określonym rozmiarze korzysta się ze specjalnego oprogramowania, gdzie w oknie interfejsu ustala się między innymi długość odwzorowania, wartość odcinka elementarnego czy też prędkość przesuwu końcówki pomiarowej (rys. 2.29a), a także szerokość i krok lub zamiennie liczbę pomiarów (rys. 2.29b). Im mniejszy krok tym więcej pojedynczych przejazdów głowicy i dokładniejsze odwzorowanie podczas tworzenia obrazu 3D. Następnie w celu ustawienia igły pomiarowej w odpowiednim miejscu na próbce korzysta się z okna sterowania (rys. 2.30), gdzie z klawiatury komputera steruje się trzema osiami: przesuwem głowicy pomiarowej z zespołem napędowym wzdłuż pionowej kolumny, przesuwem głowicy pomiarowej wzdłuż kierunku pomiaru chropowatości oraz przesuwem stolika w kierunku prostopadłym do ruchu igły diamentowej. Czas tworzenia obrazu 3D uzależniony jest od długości skanowania, wielkości kroku (ilości przejazdów w osi Y) oraz prędkości głowicy i może wahać się od kilku lub kilkunastu minut do kilku a nawet kilkudziesięciu godzin.



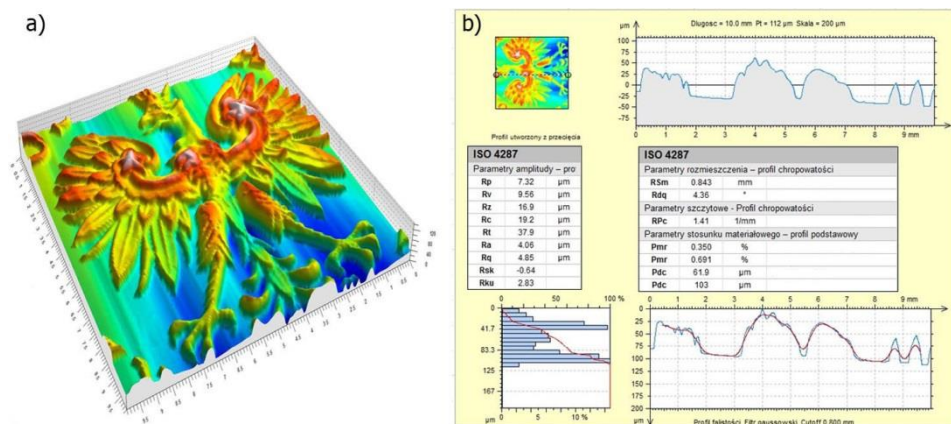
Rys. 2.29. Okno ustawiania parametrów skanowanej powierzchni

Urządzenie mapę 3D tworzy na podstawie od kilkudziesięciu do kilkuset profili 2D, które podczas pomiaru zapisywane są w zbiorczym folderze. Natomiast w celu analizy trójwymiarowego obrazu wykorzystuje się odrębną aplikację (np. Hommel Map), w której poszczególne profile programowo są łączone i prezentowane w postaci obrazu izometrycznego.



Rys. 2.30. Okno sterowania głowicą pomiarową

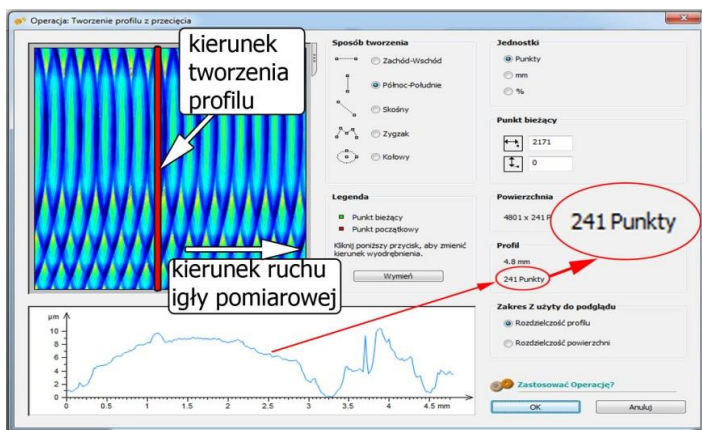
Na rys. 2.31a przykładowo przedstawiono topografię awersu 10-groszowej monety. Z uwagi na fakt, że trójwymiarowy obraz stworzony został na podstawie kilkuset pojedynczych profili 2D istnieje możliwość wyselekcjonowania każdego profilu i analizy parametrów profilu jak pokazano na rys. 2.31b.



Rys. 2.31. Możliwości pomiarowe urządzeń 3D: a) obraz izometryczny monety, b) parametry profilu wyodrębnione w dowolnym miejscu z topografii 3D

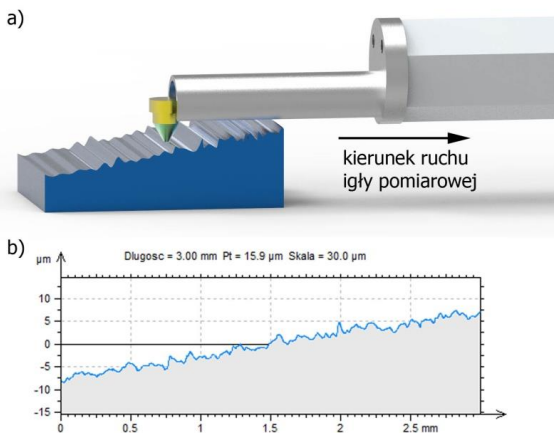
Ponadto wykorzystując funkcje programu można wygenerować profil w różnych kierunkach, równoległym, prostopadłym lub pod dowolnym kątem w stosunku do kierunku ruchu igły diamentowej, a nawet będący programowym złożeniem profil kołowy lub typu zygzak. Przykładowy profil, utworzony w kierunku prostopadłym do ruchu głowicy pomiarowej, przedstawiono na rys. 2.32. Profil ten jednak powstaje z tylu punktów pomiarowych ile było poszczególnych profili 2D (liczbę punktów można w miarę potrzeb zwiększyć zwiększając rozdzielczość utworzonej topografii).

Podczas pomiaru topografii powierzchni, badany przedmiot znajduje się na stoliku pomiarowym. Powierzchnia płaskich próbek powinna być równoległa do kierunku przesuwu głowicy pomiarowej. W praktyce zawsze powierzchnia znajduje pod pewnym kątem, co przedstawiono schematycznie na rys. 2.33. Aby pomiar mógł być przeprowadzony poprawnie powierzchnia badana musi być ustawiona tak by obszar skanowania znajdował się w zakresie pionowego przesuwu igły pomiarowej zarówno w kierunku wzdłużnym jak i poprzecznym (kierunku przesuwu stolika).



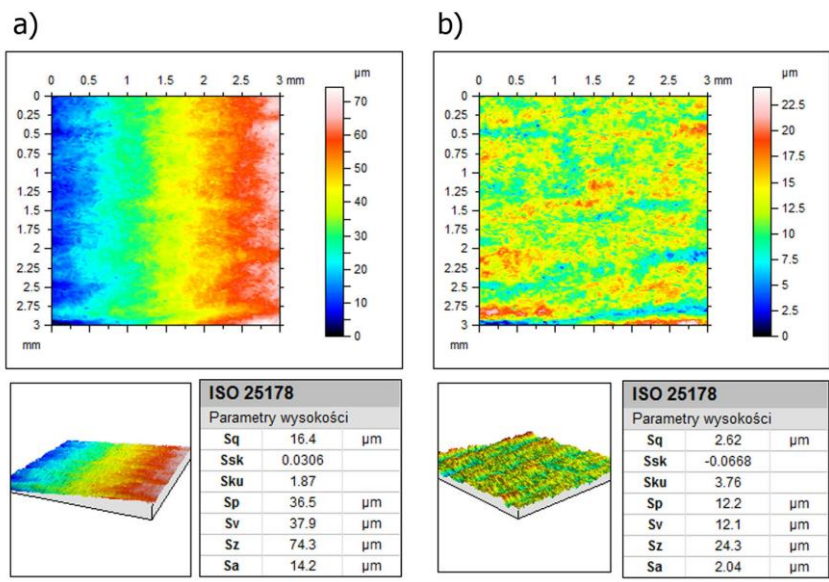
Rys. 2.32. Tworzenie profilu w kierunku prostopadłym do ruchu igły pomiarowej

Jeśli głowica pomiarowa nie jest wyposażona w ślizgacz stanowiący mechaniczny filtr falistości, to z uwagi na fakt niezachowania równoległości powierzchni badanej w stosunku do kierunku przesuwu głowicy pomiarowej jedną z pierwszych czynności w przypadku analizy wygenerowanej topografii powierzchni płaskich powinna być operacja poziomowania.



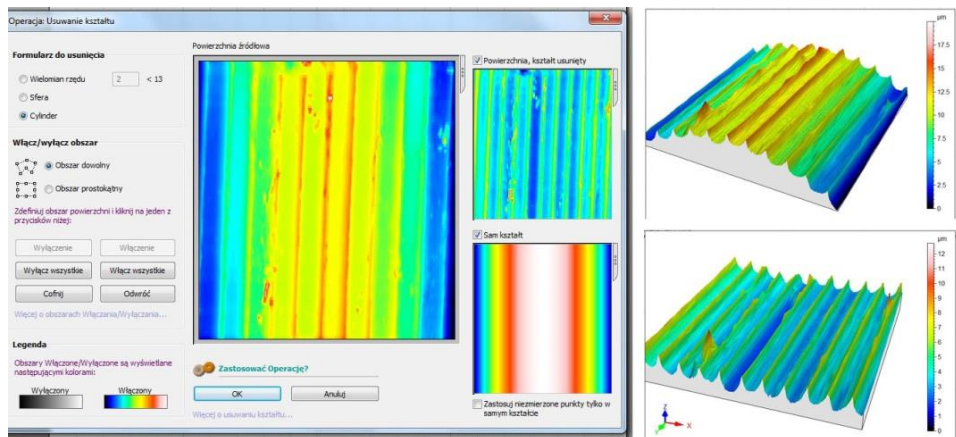
Rys. 2.33. Nierównoległe ustawienie powierzchni w stosunku do przesuwu igły pomiarowej:
a) wizualizacja, b) przykładowy profil

Na rys. 2.34 przedstawiono porównanie topografii po obróbce szczotkowania i parametrów wysokości w przypadku zastosowania i niezastosowania opcji poziomowania. Brak wyrównania stworzonego obrazu znacząco wypacza wyniki pomiaru.



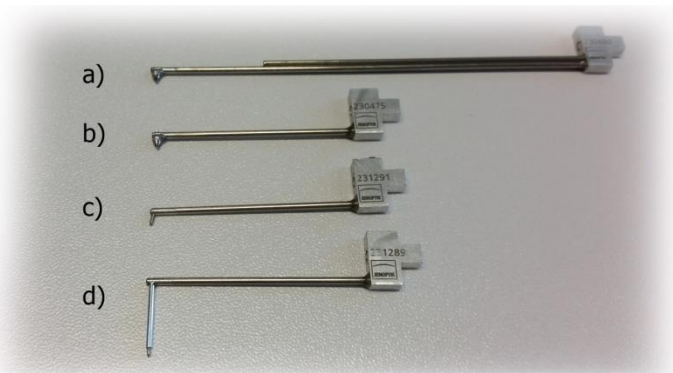
Rys. 2.34. Topografia po obróbce szczotkowaniem: a) przed wypoziomowaniem – BŁĘDNE PARAMETRY, b) po operacji poziomowania – POPRAWNE PARAMETRY

Podczas tworzenia obrazów przestrzennych na powierzchniach krzywoliniowych, walcach, kulach, w celu odseparowania kształtu od profilu chropowatości należy zastosować odpowiedni filtr w oknie programu przedstawiony na rys. 2.35



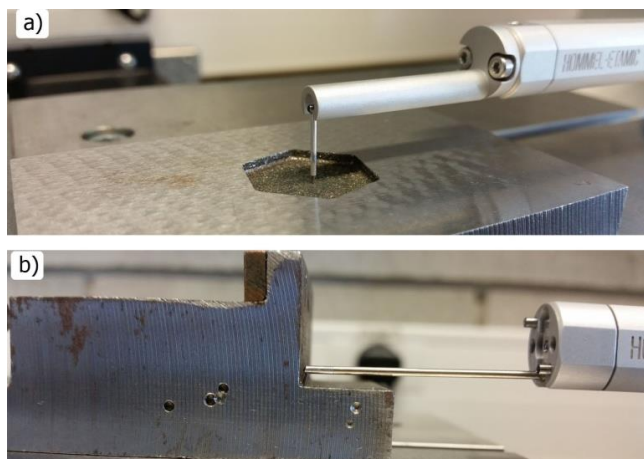
Rys. 2.35. Programowa funkcja usuwania kształtu mierzonej powierzchni

W celu rozszerzenia zdolności pomiarowych i rozszerzenia funkcjonalności głowice pomiarowe wyposażone są w wymienne końcówki. Na rys. 2.36 przedstawiono zestaw końcówek pomiarowych do różnych zastosowań.



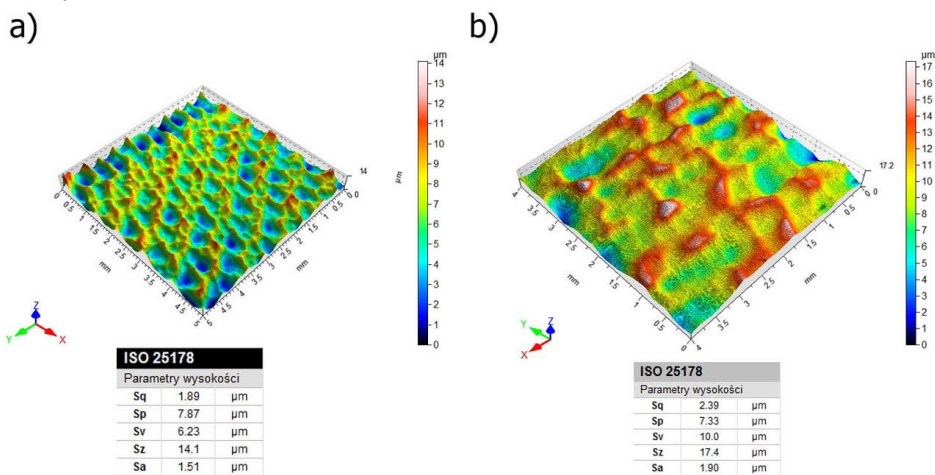
Rys. 2.36. Zestaw końcówek do różnych zastosowań (opis w tekście)

Igła o przedłużonym ramieniu (rys. 2.36a) zapewnia dwukrotne zwiększenie zakresu pomiarowego w kierunku pionowym. Na rys. 2.36b przedstawiono końcówkę do typowych zastosowań. Z kolei na rys. 2.36c widoczna jest końcówka wlotowana pod pewnym kątem w celu umożliwienia pomiaru chropowatości jak najbliżej krawędzi dwóch przecinających się wewnętrznych powierzchni. Rys. 2.36d przedstawia końcówkę umożliwiającą pomiar chropowatości w zagłębieniach. Przykładowe zastosowanie wybranych końcówek pomiarowych przedstawiono na rys. 2.37.



Rys. 2.37. Wybrane zastosowania dodatkowych końcówek do pomiaru chropowatości: a) pomiar w zagłębieniu, b) pomiar przy krawędzi

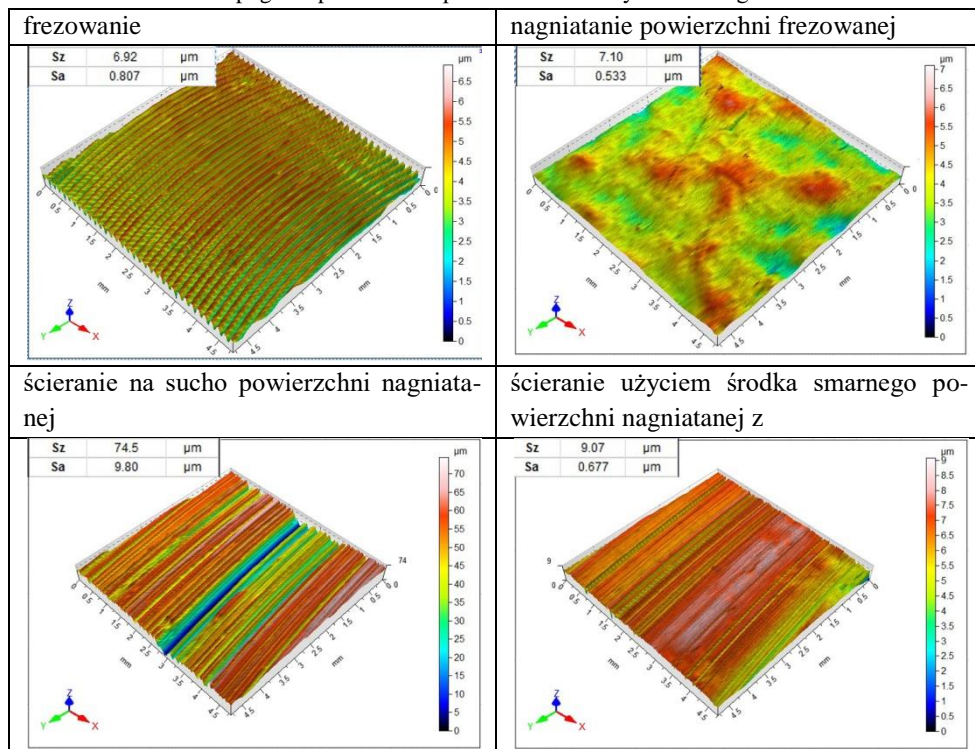
Trójwymiarowe obrazy przedstawiające topografię powierzchni doskonale nadają się do szybkiej analizy, a powierzchniowe parametry chropowatości dają więcej informacji na temat właściwości użytkowych. Na rys. 2.38a przedstawiono strukturę geometryczną powierzchni po nagniataniu dynamicznym odśrodkowym stali C45 za pomocą głowicy nagniatającej o średnicy 70 mm, na obwodzie której równomiernie rozmieszczono dwanaście kulek o średnicy 6 mm stanowiących elementy nagniatające. Rys. 2.38b przedstawia obraz powierzchni po nagniataniu impulsowym Inconelu przy energii uderzenia 180 mJ i odległości między śladami $x_s = 0,3$ mm.



2.38. Topografia powierzchni po nagniataniu: a) odśrodkowym, b) impulsowym

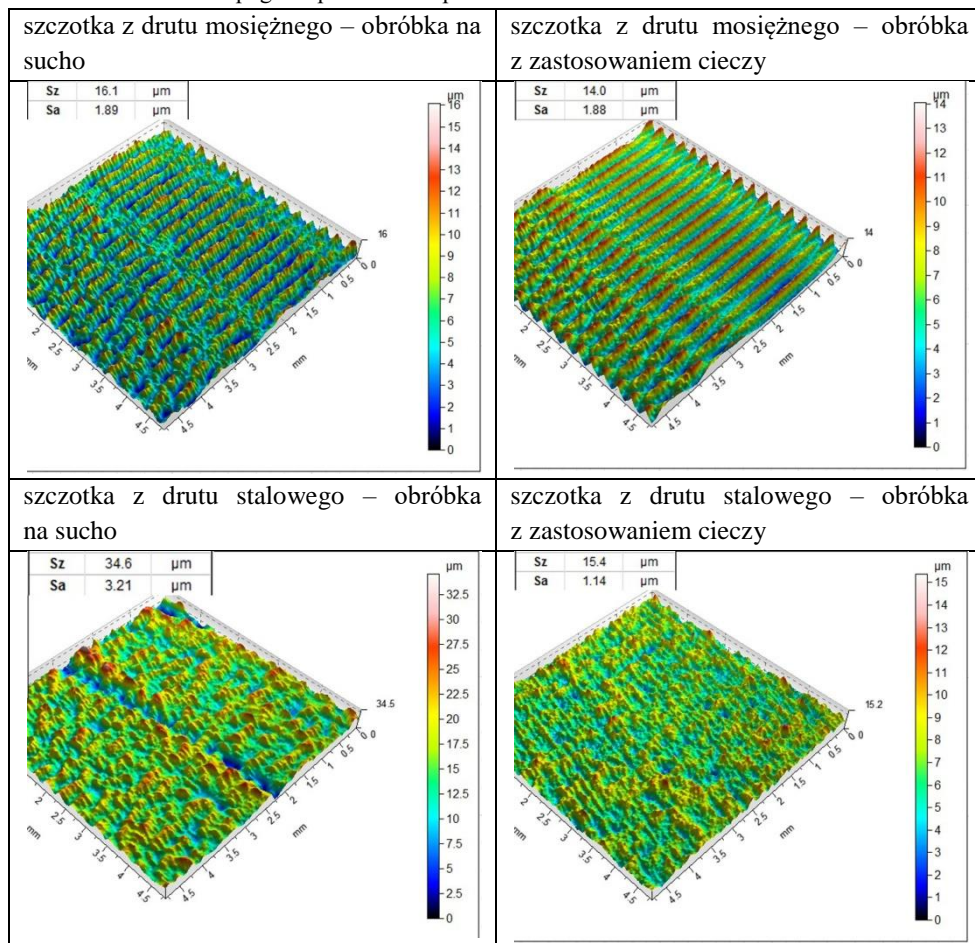
Ocena na podstawie topografii powierzchni może być wykorzystana w przypadku badania zużycia tribologicznego. W tabeli 2.1 przedstawiono wyniki badań po kolejnych etapach eksperymentu związanego z badaniem wpływu obróbki nagniataniem na zużycie tribologiczne. Widoczna jest znacząca różnica parametrów powierzchniowych Sa i Sz pomiędzy procesem zużycia z zastosowaniem środka smarnego i bez. Materiałem zużywanym były próbki wykonane ze stopu aluminium 7075. Podczas tarcia na sucho wrywane cząstki materiału mogły przyklejać się do tarczy stanowiącej przeciwpróbkę tworząc bruzdy o dużej głębokości odzwierciedlone w wartości parametru Sz .

Tabela 2.1. Analiza topografii powierzchni podczas badań zużycia ściernego



Innym przykładem może być analiza topografii po obróbce szczotkowaniem. Intensywność procesu, oprócz parametrów technologicznych obróbki, silnie uzależniona jest od cech charakterystycznych zastosowanych narzędzi. W tabeli 2.2 przedstawiono wyniki po obróbce narzędziami, w których włókna wykonano z drutu mosiężnego a także z drutu stalowego. Drut mosiężny charakteryzuje się większą sprężystością (jest bardziej giętki, elastyczny) od drutu stalowego stąd intensywność oddziaływania na obrabianą powierzchnie jest mniejsza. Duże znaczenie ma także zastosowanie cieczy obróbkowej, która „tłumi” agresywne działanie włókien szczotki. Po obróbce szczotką z drutu mosiężnego widoczne są ślady obróbki poprzedzającej, którym było frezowanie, co świadczy o mniejszej skuteczności narzędzia. Z kolei obróbka na sucho szczotką z drutu stalowego spowodowała znaczny wzrost chropowatości i pojawienie się bruzd, co wpłynęło na wartość parametru Sz.

Tabela 2.2. Analiza topografii powierzchni po obróbce szczotkowaniem



Do metod optycznych pomiaru chropowatości zalicza się między innymi metody interferencyjne wykorzystywane do pomiaru powierzchni refleksyjnych o dużej gładkości.

Metoda przekroju świetlnego polega na oświetlaniu powierzchni pod kątem 45° przez wąską szczelinę. W mikroskopie obserwuje się obraz szczeliny kształtem przypominającym nierówności obserwowanej powierzchni. Wysokość nierówności mierzona jest przy wykorzystaniu siatki i śruby mikrometrycznej okularu.

Do pomiaru chropowatości powierzchni wykorzystuje się metody laserowe, w których wykorzystuje się zjawisko rozpraszania promieniowania przez powierzchnię czy też zjawisko zogniskowania wiązki światła laserowego. W metodzie rozpraszania światła zachodzi zjawisko odbicia fali świetlnej od nierówności powierzchni, gdzie część energii ulegnie rozproszeniu w wielu kierunkach. Zjawisko rozproszenia jest tym większe im bardziej rozwinięta jest powierzchnia [4].

W ostatnich latach bardzo dynamiczny rozwój odnotowały przyrządy optyczne do pomiaru chropowatości. Do największych zalet w porównaniu z metodami stykowymi należy zaliczyć szybkość pomiaru. Urządzenia te wykorzystują zjawisko różnicowania ogniskowego (opisanego w rozdziale 3) do wykonania przestrzennego obrazu badanej powierzchni. Czas wykonania takiej mapy zwiera się od kilku sekund do kilku minut w zależności od powiększenia i żądanej rozdzielczości.

Do najważniejszych zalet metody porównawczej należy szybkość oceny chropowatości powierzchni. Metoda ta nawiązuje do najstarszego sposobu, poprzez ocenę wizualną oraz dotykową. Ślizgając palcem lub paznokciem prostopadle do śladów obróbki nasze zmysły przetwarzają informację o nierównościach powierzchni. Wizualną czy dotykową ocenę chropowatości może zakłócić zróżnicowany wzajemny układ mikronierówności. Inna jest kierunkowość po obróbce szlifowaniem, toczeniem, frezowaniem czołowym czy obwodowym. Nie wyklucza to jednak identycznych wartości parametru chropowatości R_a . Dlatego też dostępne wzorce chropowatości oprócz zróżnicowania wartości parametrów chropowatości przygotowywane są po różnych, popularnych metodach obróbki. Na rys. 2.39 przedstawiono wzorce chropowatości po obróbce szlifowaniem. Ponadto koszt zestawu wzorców chropowatości jest wielokrotnie niższy od nawet prostych stykowych przyrządów do pomiaru chropowatości.



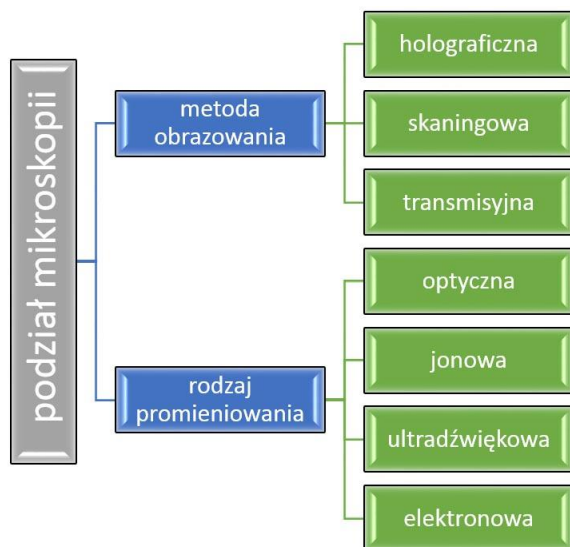
Rys. 2.39. Widok wzorców chropowatości

Literatura

1. Adamczak S.: *Pomiary geometryczne powierzchni. Zarysy kształtu, falistość i chropowatość*. WN-T Warszawa 2008.
2. Burakowski T., Wierzchoń T.: *Inżynieria powierzchni metali*. WN-T Warszawa 1995.
3. Lawrowski Z.: *Tribologia. Tarcie, zużywanie i smarowanie*. Wydawnictwo Naukowe PWN Warszawa 1993.
4. Lukianowicz C., Kaplonek W.: *Laser Methods for the Surface Texture Assessment*. *Stal Metale & Nowe Technologie*. 2014, s.26-27.
5. Nowicki B.: *Struktura geometryczna. Chropowatość i falistość powierzchni*. WN-T Warszawa 1991.
6. Wieczorowski M., Cellary A., Chajda J.: *Przewodnik po pomiarach chropowatości powierzchni czyli o chropowatości i nie tylko*. Politechnika Poznańska, Poznań 2003.
7. PN – EN ISO 4287: 1999. *Specyfikacja geometrii wyrobów. Struktura geometryczna powierzchni: metoda profilowa. Terminy, definicje i parametry struktury geometrycznej powierzchni*.

3. BADANIA MIKROSTRUKTURY WARSTWY WIERZCHNIEJ

Celem badań mikroskopowych jest obserwacja powierzchni oraz zglądów próbek za pomocą mikroskopów zapewniających możliwość ich oglądania przy znacznym powiększeniu. Pozwala to na określenie wad powierzchniowych, analizę struktury badanego materiału, lokalizację mikropęknięć, określenie grubości naniesionych warstw itp. Istnieje szereg różnego rodzaju klasyfikacji przyrządów do obserwacji mikroskopowych, wśród których można wyróżnić podział ze względu na typ promieniowania oświetlającego, metodę obrazowania czy też rodzaj informacji uzyskiwanej w wyniku obserwacji. Na rys. 3.1. przedstawiono podział mikroskopii ze względu na rodzaj promieniowania i metodę obrazowania.

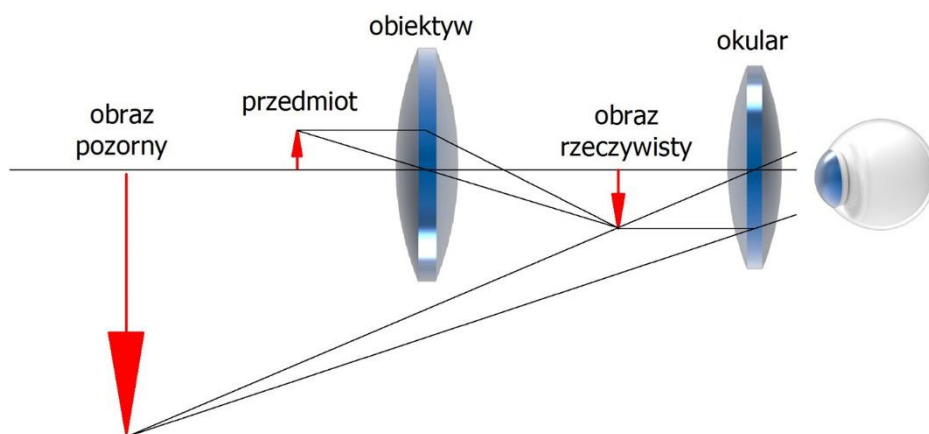


Rys. 3.1. Klasyfikacja mikroskopii

Najstarszą grupę mikroskopów stosowanych w wielu dziedzinach wiedzy stanowią przyrządy optyczne. Mikroskopy optyczne mają ograniczenie maksymalnej zdolności rozdzielczej do ok. $0,2 \mu\text{m}$ związane z dyfrakcją światła. Do obserwacji w zakresie powiększeń znacznie większych od możliwych do osiągnięcia na mikroskopach optycznych stosowane są mikroskopy elektronowe o zdolności rozdzielczej nawet kilka tysięcy razy lepszej. Te dwa rodzaje mikroskopów znajdują najszersze zastosowanie w obserwacji świata w skali mikro (gr. $\mu\text{k}\rho\varsigma$, mikros – "mały").

3.1. Mikroskopia optyczna

Na rys. 3.2. przedstawiono schemat działania mikroskopu optycznego. Obraz obserwowany przez okular jest obrazem powiększonym, odwróconym oraz pozornym.



Rys. 3.2. Schemat działania mikroskopu optycznego

Iloczyn powiększenia obiektywu M_{ob} i okularu M_{ok} określa powiększenie P , czyli stosunek rozmiaru obrazu mikroskopowego do rzeczywistej wielkości badanego obiektu, co wyrażono wzorem (3.1).

$$P = M_{ob}M_{ok}. \quad (3.1)$$

Znając parametry soczewek zastosowanych w układzie optycznym mikroskopu powiększenie mikroskopu można wyznaczyć z zależności (3.2).

$$P = \frac{LD}{f_{ob}f_{ok}}, \quad (3.2)$$

gdzie:

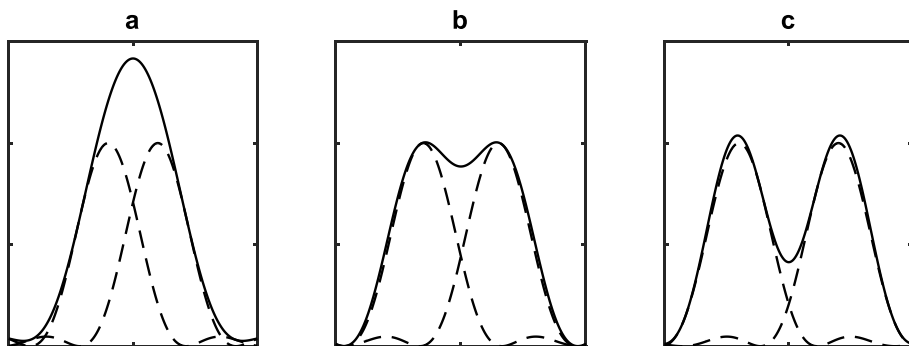
f_{ob} – ogniskowa obiektywu,

f_{ok} – ogniskowa okularu,

D – długość optyczna tubusu mikroskopu,

L – stała określająca odległość dobrego widzenia (ok. 250 mm).

Z parametrem określającym powiększenie wiąże się zdolność rozdzielcza, czyli najmniejsza odległość między dwoma punktami obrazu, przy której są one możliwe do rozróżnienia. Jakość obrazowania tradycyjnych mikroskopów optycznych zależy między innymi od aberracji soczewek wykorzystanych do uzyskania pożądanego powiększenia. W mikroskopach wyższej klasy jakość soczewek jest na tyle duża, że uwidaczniają się ograniczenia powiązane z falową naturą światła. Głównym ograniczeniem mikroskopii optycznej jest dyfrakcja światła, która uniemożliwia uzyskanie lepszej zdolności rozdzielczej niż około $0,2 \mu\text{m}$.



Rys. 3.3 Schematyczna ilustracja kryterium Rayleigha: obrazy nierozdzielone (a), obrazy rozdzielone (b), obrazy wyraźnie rozdzielone (c)

Na podstawie kryterium Rayleigha obrazy dwóch różnych punktów są rozdzielone, gdy maksimum dyfrakcyjne drugiego obrazu jest w odległości minimum pierwszego obrazu lub dalej (rys. 3.3). Największy wpływ na wielkość zdolności rozdzielczej R ma wartość kąta apertury obiektywu oraz długość wykorzystywanej fali. Wyraża ją zależność Abbego:

$$R = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \frac{\alpha}{2}}, \quad (3.3)$$

gdzie:

λ – długość fali,

α – kąt apertury obiektywu (pod którym widać otwór wejściowy układu optycznego z odległości przedmiotu) wyrażony w stopniach,

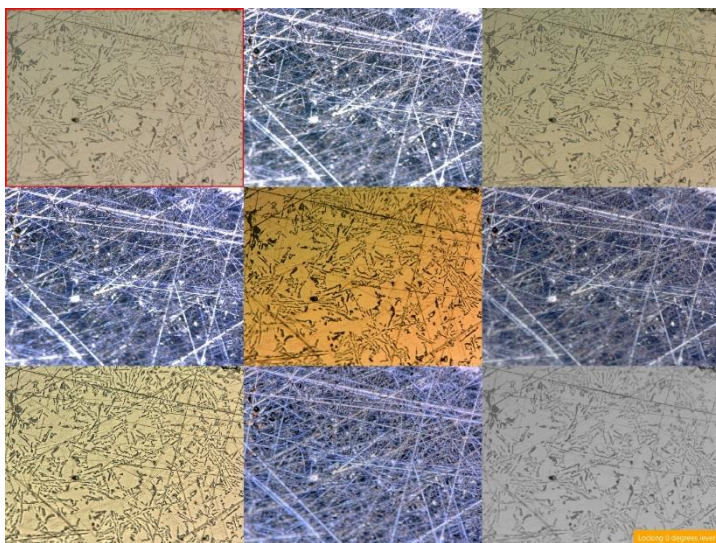
n – współczynnik załamania światła w danym ośrodku (dla próżni wynosi on 1).

Na rys. 3.3. przedstawiono widok mikroskopu optycznego pomiarowego wyposażonego w przetworniki o dużej rozdzielczości.



Rys. 3.3. Widok mikroskopu pomiarowego

Na konstrukcję mikroskopu składają się dwie części: optyczna i mechaniczna. Część optyczna związana jest z przetwarzaniem obrazu. Podstawowymi elementami wchodzącymi w jej skład jest źródło światła, obiektyw lub zestaw obiektywów zamocowanych w rewolwerze, okular i kamera (w mikroskopach cyfrowych). Dla prawidłowego widzenia badanego obiektu bardzo ważny jest również układ oświetlenia próbki. Mikroskopy wyposażone są w możliwość obserwacji w jasnym lub ciemnym polu, co związane jest z kierunkiem padania wiązki światła oświetlającego próbkę. W zależności od rodzaju obserwowanego obiektu, światło może być kierowane od spodu próbki lub z góry. Zaawansowane mikroskopy mają możliwość wyboru sposobu oświetlenia z opcjami oświetlenia pierścieniowego, centralnego lub mieszanego. Na rys. 3.4 przedstawiono widok tej samej próbki oświetlanej różnymi technikami (jasne pole, ciemne pole, światło centralne, pierścieniowe itp.).

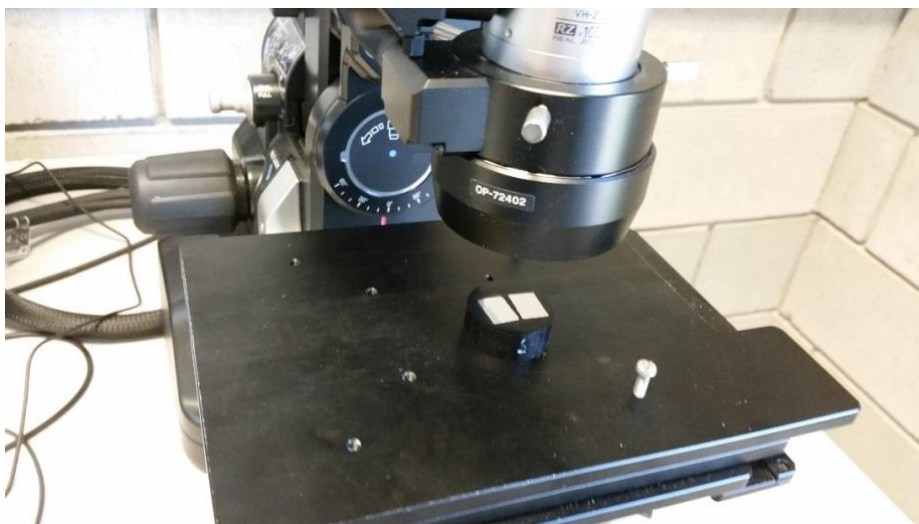


Rys. 3.4. Różne techniki oświetlenia tej samej powierzchni

Oglądana przykładowa powierzchnia to zgląd metalograficzny stopu Al-Si10Mg (rys 3.5). W zależności od sposobu oświetlenia widoczne są albo rysy na powierzchni zglądu metalograficznego albo ziarna krzemowe w postaci igłowej rozproszone w osnowie stopu aluminium.

W mikroskopach optycznych znajdują zastosowanie różnego rodzaju obiektywy montowane w rewolwerze zapewniającym ich szybki wybór. Istnieje grupa obiektywów, których cechą charakterystyczną jest duża odległość przedmiotu od zwierciadła obiektywu, co pozwala na oglądanie elementów o skomplikowanym kształcie lub stosowania dodatkowego oprzyrządowania.

W części mechanicznej mikroskopu można wyróżnić statyw, tubus, pierścień obrotowy stanowiący magazyn dla obiektywów i stolik, na którym umieszczany jest obserwowany obiekt. Zadaniem statywu jest zapewnienie stabilności całego mikroskopu w celu uniknięcia drgań podczas obserwacji. Istnieją różne rozwiązania konstrukcyjne statywów. Aby ustawić wymaganą jakość widzenia (ostrość) obiektyw musi znaleźć się w odpowiedniej odległości względem próbki. Jednym z rozwiązań konstrukcyjnych realizacji tego celu jest ruchomy tubus w stosunku do nieruchomego stolika, na którym mocowana jest próbka. Innym rozwiązaniem może być ruchomy stolik przesuwany w osi tubusa.



Rys. 3.5. Widok zglądu metalograficznego próbki na stole mikroskopu cyfrowego

Szczególnymi rozwiązaniami są mikroskopy ze statywami do obserwacji wielokątowej (rys. 3.6), co w wielu sytuacjach pozwala uniknąć problemów z odpowiednim ustawieniem obiektu badanego i stosowaniem dodatkowego oprzyrządowania.



Rys. 3.6. Widok mikroskopu z pochylonym statywem do obserwacji wielokątowej

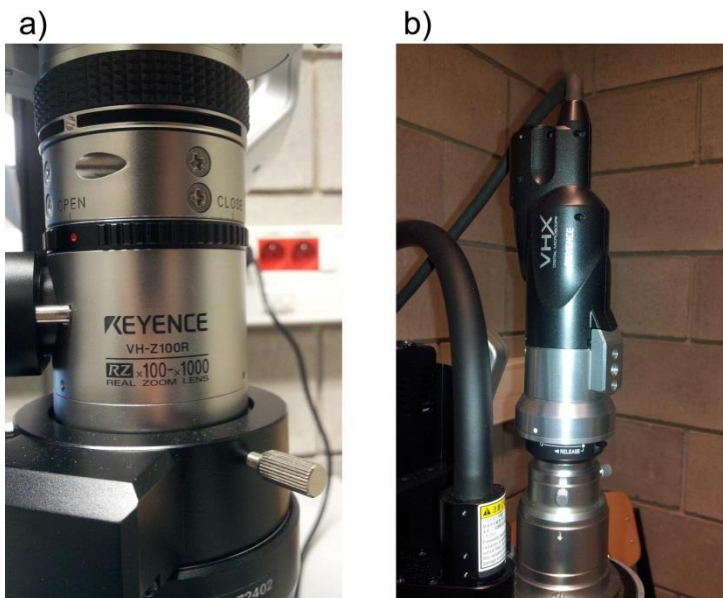
Stół może być wyposażony w śruby przesuwu w płaszczyźnie obserwacyjnej powierzchni, śruby przesuwu z podziałką mikrometryczną i możliwość obro-

tu stolika wokół osi pionowej. W celu ustawienia ostrości stolik lub tubus wyposażony jest z reguły w dwie śruby: ustawienia zgrubnego i dokładnego. Nowoczesne mikroskopy mogą być wyposażone w specjalny napęd poszczególnych osi stolika, co pozwala na programowanie przesuwów. Ze wzrostem powiększenia wielkość obserwowanego obszaru maleje i może być zbyt mała aby objąć interesujący obszar z zachowaniem dużej szczegółowości (zdolności rozdzielczej). Łączenie obrazów z wykorzystaniem napędzanych osi stolika pozwala w sposób automatyczny skomponować obraz obejmujący dużą powierzchnię badanego obiektu. Na rys. 3.7 przedstawiono obraz płytki skrawającej uzyskany techniką łączenia obrazu.



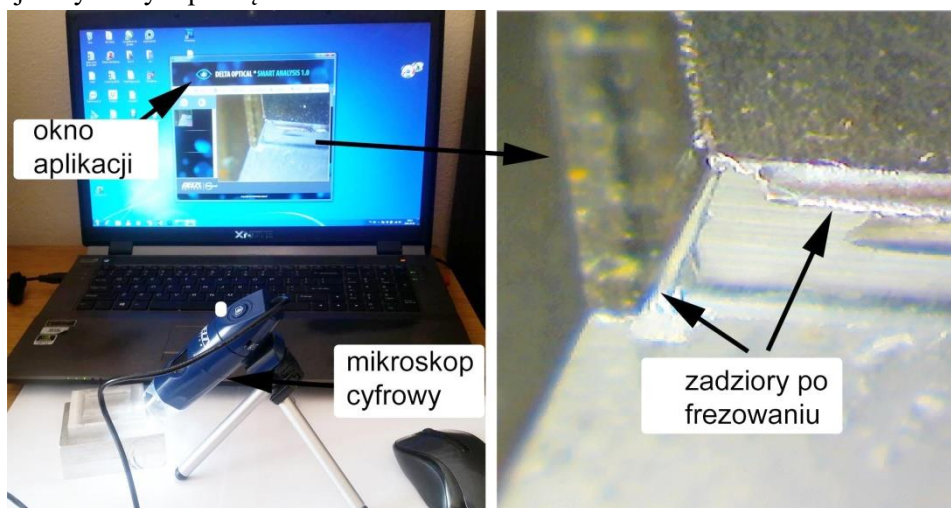
Rys. 3.7. Widok płytki skrawającej wykonany techniką łączenia obrazu

Szczególną grupę mikroskopów stanowią mikroskopy cyfrowe, które wyposażone są w kamerę wysokiej rozdzielczości. Daje to możliwość obserwacji obrazu na monitorze komputera lub dedykowanym kontrolerze. Wyposażone są one często w zaawansowane obiektywy z płynną regulacją powiększenia. Obserwowanie obrazu na ekranie monitora pozwala na wyeliminowanie okularu z konstrukcji cyfrowych mikroskopów. Na rys. 3.8a przedstawiano obiektyw firmy Keyence o symbolu VH-Z100R, który zapewnia regulację powiększenia w zakresie x100-x1000. Takie rozwiązanie pozwala szybko dopasować powiększenie do pożądanej szczegółowości oglądanego obrazu. Obiektyw posiada złącze kompatybilne z kamerą (rys. 3.8b) w celu szybkiego montażu lub wymiany na obiektyw o innym zakresie powiększeń.



Rys. 3.8. Widok wybranych elementów układu optycznego mikroskopu cyfrowego: a) obiektyw o zmiennym powiększeniu, b) kamera CCD

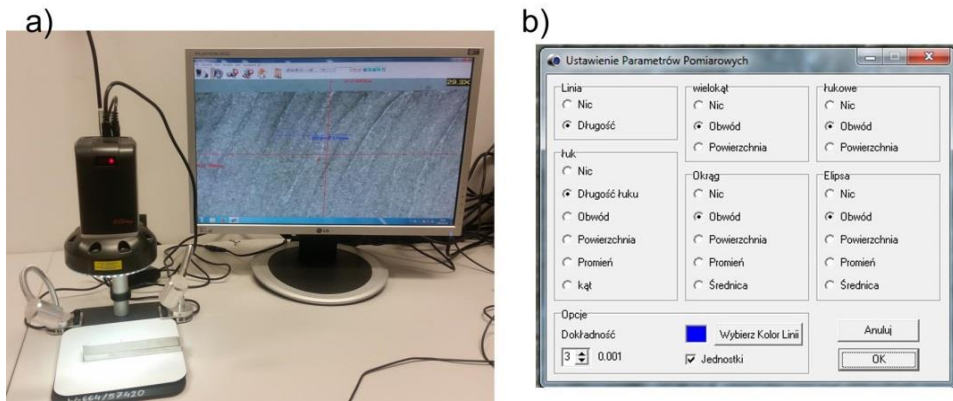
Rozpiętość zaawansowania konstrukcyjnego i możliwości pomiarowych takich mikroskopów jest bardzo duża. Na rys. 3.9 przedstawiono prosty przenośny mikroskop cyfrowy, wraz z przykładową fotografią zadziorów, do obserwacji z cyfrowym powiększeniem do 1600x.



Rys. 3.9. Przenośny mikroskop cyfrowy

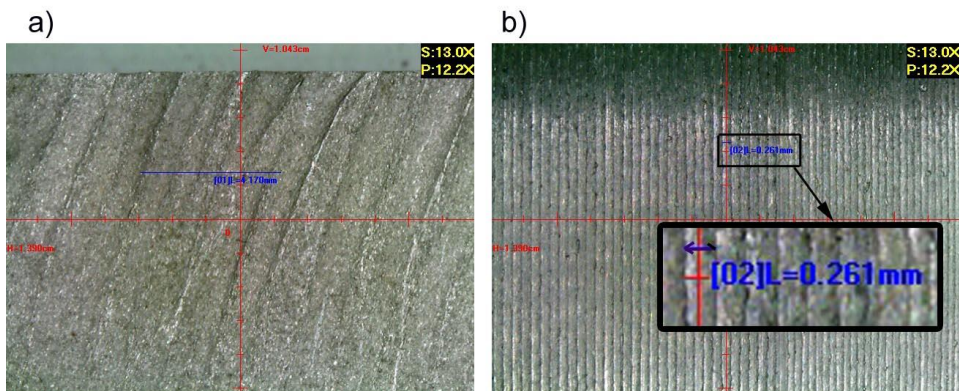
Największą zaletą tego typu mikroskopów jest kompaktowa budowa i możliwość podłączenia do komputera przenośnego wraz z zainstalowanym dedykowanym oprogramowaniem. Urządzenie to może sprawdzić się w badaniach struktury warstwy wierzchniej w sytuacji, gdy nie ma możliwości przygotowania próbek do obserwacji w warunkach laboratoryjnych, lub gdy konieczna jest kontrola wieloetapowa w trakcie procesu technologicznego.

Zaletą większości mikroskopów cyfrowych jest możliwość połączenia za pomocą złącza USB do komputera i skorzystania z funkcji pomiarowych aplikacji dedykowanej dla danego modelu mikroskopu, które znacząco rozszerza zdolności pomiarowe. Na rys. 3.10a przedstawiono mikroskop cyfrowy do obserwacji w zakresie powiększeń $\times 10 - \times 130$. W celu uzyskania obrazu wysokiej jakości możliwa jest regulacja ekspozycji i redukcja szumów. Natomiast intensywność oświetlenia jest płynnie regulowana w zależności od refleksyjności próbki. Oprogramowanie mikroskopów często wyposażone jest w funkcje pomiarowe, za pomocą których możliwe jest między innymi dokonanie pomiarów długości, wyznaczenia promienia zaokrąglenia czy określenie powierzchni (rys. 3.10b).



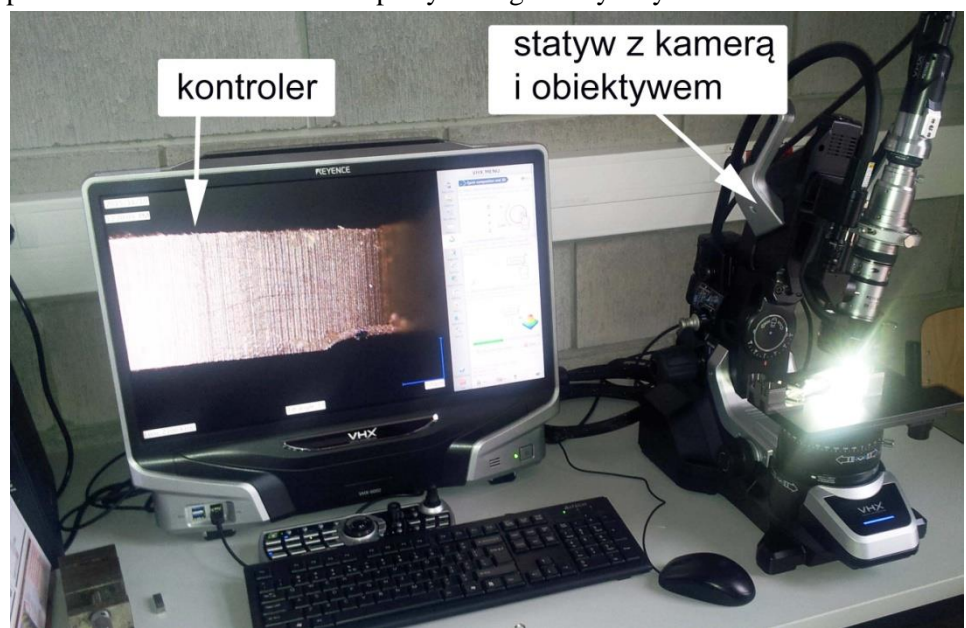
Rys. 3.10 Mikroskop cyfrowy do obserwacji w zakresie powiększeń $\times 10 - \times 130$: a) stanowisko, b) funkcje pomiarowe

Stolik w tego typu mikroskopach nie jest wyposażony w śruby przesuwu, stanowi jedynie podłoże dla obserwowanych przedmiotów, jednak funkcje pomiarowe są zachowane i realizowane są na obrazie monitora komputera. Na rys. 3.11a przedstawiono przykładowy widok struktury geometrycznej powierzchni po cięciu strugą wodnościerną. Natomiast na rys. 3.11b widoczna jest charakterystyczna jednokierunkowa struktura po obróbce toczeniem. Odległość między poszczególnymi śladami stanowi posuw podczas toczenia.



Rys. 3.11 Widok struktury geometrycznej powierzchni po: a) cięciu strugą wodno – ścierną, b) toczeniu

Najbardziej zaawansowane mikroskopy cyfrowe posiadają bardzo duże możliwości jeśli chodzi o analizę struktury geometrycznej powierzchni. Na rys. 3.12 przedstawiono widok mikroskopu cyfrowego firmy Keyence model VHX-5000.



Rys. 3.12. Widok mikroskopu cyfrowego Keyence VHX-5000

Tego typu urządzenia mają bogate możliwości konfiguracji zarówno od strony sprzętowej jak i programowej, w celu zapewnienia jak najlepszego dostosowania urządzenia do potrzeb użytkownika.

W odróżnieniu od poprzednio omawianych grup, zaawansowane mikroskopy cyfrowe posiadają własny dedykowany kontroler. Oprócz funkcji spełnianych przez komputer w prostszych modelach (wyświetlanie obrazu na monitorze oraz aplikacja realizująca funkcje pomiarowe) kontroler stanowi zintegrowaną część całego systemu, która zapewnia ponadto stację zasilania źródła światła oraz wewnętrzny sterownik napędu elementów ruchomych, dlatego też stanowi zintegrowaną część całego systemu

Obraz w mikroskopie jest ostry, gdy obserwowany przedmiot znajduje się w płaszczyźnie ogniskowej soczewki. Głębia ostrości jest to zakres odchylenia przedmiotu od płaszczyzny ogniskowej w kierunku osi optycznej, dla którego oko ludzkie nie zauważa zmian ostrości obrazu.

$$G = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \frac{\alpha}{2} \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2}} \quad (3.3)$$

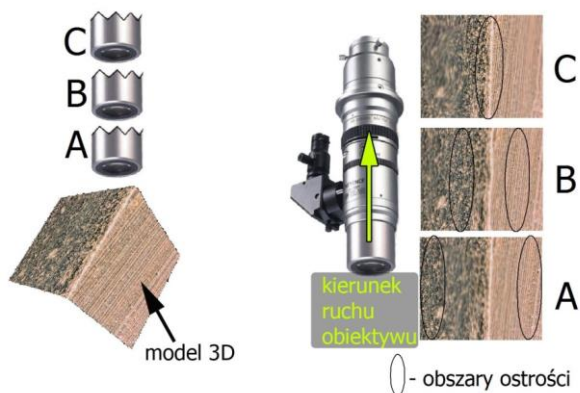
gdzie:

λ – długość fali,

α – kąt apertury obiektywu (pod którym widać otwór wejściowy układu optycznego z odległości przedmiotu) wyrażona w stopniach,

n – współczynnik załamania światła w danym ośrodku (dla próżni wynosi on 1).

Cechą szczególną zaawansowanych mikroskopów pomiarowych jest technika otrzymywania dużej głębi ostrości zwana techniką różnicowania ogniskowego (ang. focus variation), która wykorzystywana jest w wielu obszarach metrologii [4]. W typowych mikroskopach optycznych wraz ze wzrostem powiększenia rośnie kąt apertury obiektywu, a zatem zmniejsza się głębia ostrości. W celu otrzymania obrazu o dużym powiększeniu z zachowaniem dużej głębi ostrości zaawansowane mikroskopy automatycznie regulują odległość obiektywu od przedmiotu. Polega to na tym, że mikroskop wykonuje całą serię zdjęć, w trakcie przesuwu obiektywu nad badaną powierzchnią czy elementem. Schemat obrazujący zasadę otrzymywania obrazu o dużej głębi ostrości przedstawia rys. 3.13.



Rys. 3.13. Technika otrzymywania obrazu/modelu 3D o dużej głębi ostrości

Oprogramowanie w sposób automatyczny dokonuje łączenia tych fragmentów obrazu serii zdjęć, w których zachowana jest najlepsza ostrość/jakość. Dzięki temu finalnie na ekranie kontrolera wyświetlany jest obraz z dużą głębią ostrości. Przykładowe obrazy uzyskane tą techniką przedstawiono na rys. 3.14.

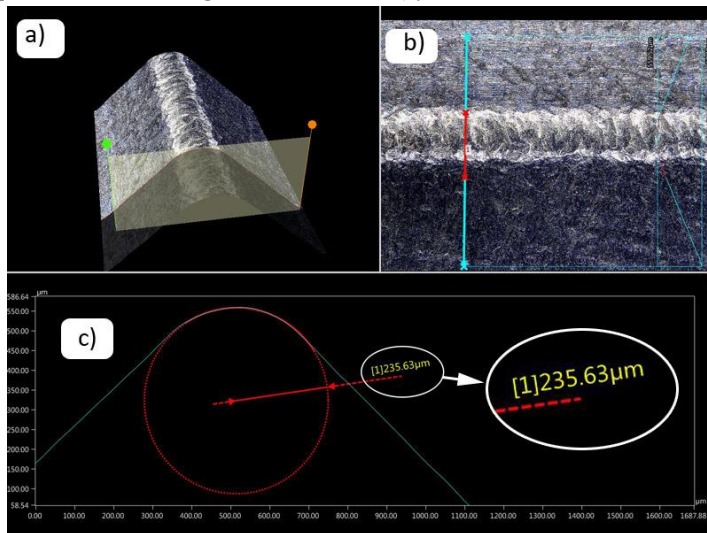
Typowe dla techniki różnicowania ogniskowego jest zapisanie informacji o wysokości każdego piksela. Przy rozdzielczości obrazu 1920x1080 pikseli daje to informację o wysokości ponad dwóch milionów punktów. Dzięki informacji o wysokości poszczególnych punktów oprogramowanie jest w stanie wygenerować model 3D, niekiedy w formacie umożliwiającym otworzenie go w programach typu CAD.



Rys. 3.14. Fotografie z dużą głębią ostrości wykonane za pomocą mikroskopu cyfrowego

Przykład modelu krawędzi po procesie usuwania zadziorów metodą szczotkowania pokazano na rys. 3.15a. Po wykonaniu modelu możliwe jest wyznaczenie płaszczyzny przekroju (rys. 3.15b) w dowolnym kierunku i miejscu

w obszarze wykonanego modelu. Pozwala to na wyznaczenie parametrów przekroju np. promienia zaokrąglenia krawędzi (rys. 3.15c).



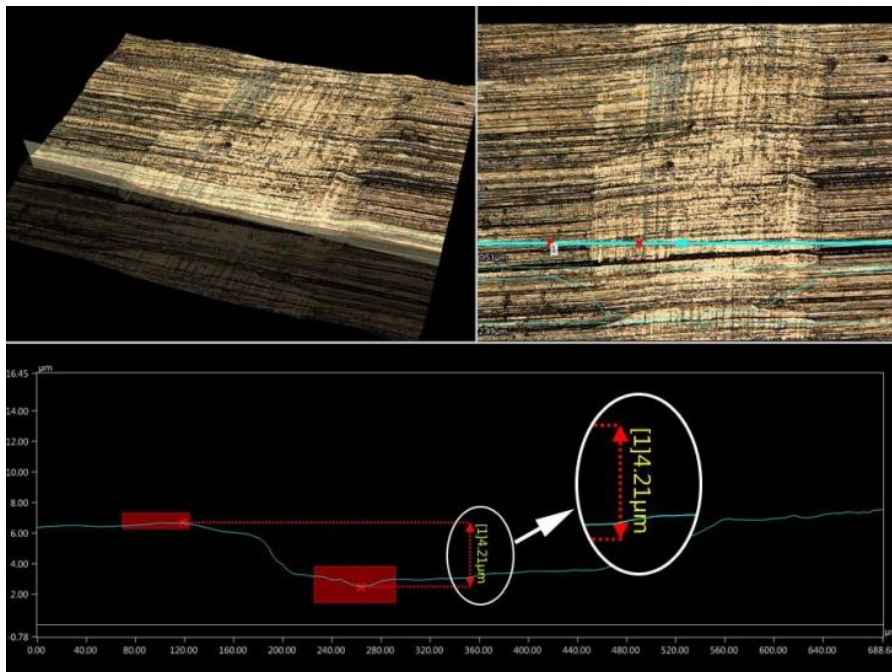
Rys. 3.15. Wykorzystanie techniki różnicowania ogniskowego: a) model 3D, b) płaszczyzna przekroju, c) wyznaczony promień zaokrąglenia

Technika różnicowania ogniskowego wykorzystywana jest do pomiarów wybranych właściwości warstwy wierzchniej, w tym wyznaczania parametrów chropowatości, a także pomiarów geometrii i zużycia narzędzi, czy też pomiarów kształtu [2, 3, 4]. Na rys. 3.16 przedstawiono wadę powierzchniową na powierzchni po szlifowaniu stali 1.0503.



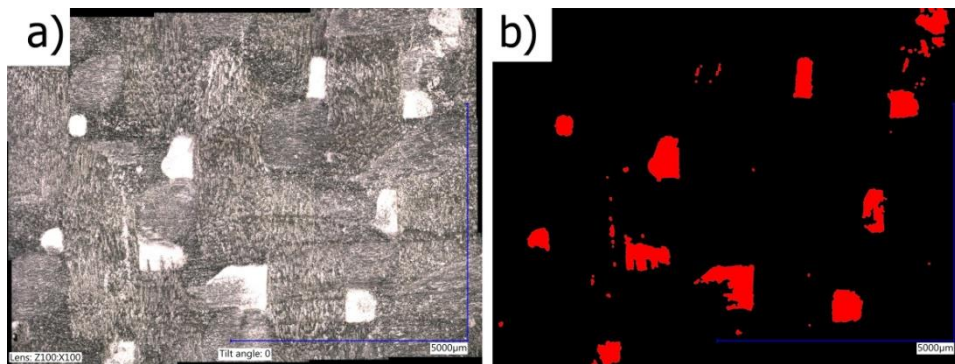
Rys. 3.16. Wada powierzchniowa na powierzchni po szlifowaniu

Dzięki wykorzystaniu wyspecjalizowanego oprogramowania możliwa jest nie tylko analiza wymiarów długości czy szerokości rysy, ale także, po wykonaniu profilu 2D, określenia głębokości takiej wady (rys. 3.17).



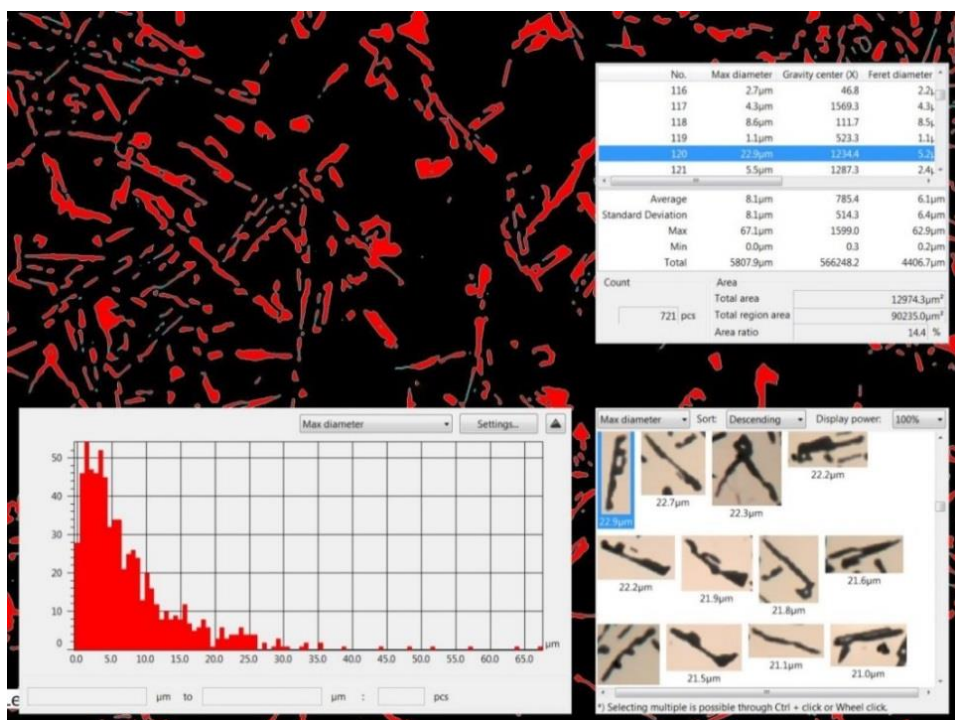
Rys. 3.17. Wyznaczenie głębokości wady powierzchniowej w postaci rysy

Jedną z funkcji oprogramowania mikroskopów cyfrowych jest automatyczne wykrywanie obszaru. Funkcja ta opiera się na analizie kontrastu poszczególnych elementów obrazu. Technika ta może być wykorzystywana do wykrywania wad powierzchniowych w postaci mikropęknięć, zagłębień, wyrwań itp. Na rys. 3.18a przedstawiono próbkę z płyty kompozytowej po obróbce frezowaniem. Na powierzchni obrobionej pojawiły się wady, które zostały pokryte substancją o kolorze różniącym się w stosunku do frezowanej płyty. Pozwoliło to, wykorzystując jedną z funkcji oprogramowania, na automatyczne wykrycie wad, jakie pojawiły się na powierzchni (rys. 3.18b). Technika wykrywania obszaru zapewnia pełną digitalizację, co pozwala na szczegółową analizę i wyznaczenie takich parametrów jak, udział procentowy, liczba wykrytych obszarów wraz z ich wymiarami, całkowita powierzchnia obszaru, selekcja, kategoryzacja do grup wielkości itp.



Rys. 3.18. Wykorzystanie automatycznej funkcji oprogramowania mikroskopu cyfrowego do wykrycia wad powierzchniowych płyty kompozytowej

Na rys. 3.19 przedstawiono widok zglądu metalograficznego stopu aluminium AlSi10Mg, z wykrytymi przez funkcję oprogramowania ziarnami krzemu w postaci igłowej, dzięki czemu możliwa jest analiza rozmiaru i kształtu poszczególnych ziaren, a także przedstawienie na wykresie procentowego udziału ziaren o określonym rozmiarze.



Rys. 3.19. Analiza powierzchniowa zglądu metalograficznego stopu aluminium AlSi10Mg

Mikroskopy cyfrowe należą do grupy najszybciej rozwijających się urządzeń optycznych do badania struktury warstwy wierzchniej. Technika różnicowania ogniskowego połączona z zaawansowanymi funkcjami oprogramowania mikroskopów daje potężne możliwości metrologiczne

3.2. Mikroskopia elektronowa

Wynalezienie mikroskopów elektronowych pozwoliło na obserwowanie znacznie mniejszych obiektów niż umożliwia to mikroskopia optyczna. Za pierwszy mikroskop elektronowy uważa się urządzenie zbudowane przez niemieckiego fizyka E. Ruska (1931 r.) [1]. Biorąc pod uwagę, że pierwsze mikroskopy optyczne zostały zbudowane przez Zachariasza i Hansa Janssenów około 1590 r., można uznać mikroskopię elektronową za dziedzinę młodą i dopiero rozwijającą się. Mimo to uzyskiwane za jej pomocą powiększenia i zdolności rozdzielcze przewyższają znacząco możliwości mikroskopii optycznej.

Zdolność rozdzielcza mikroskopów elektronowych uzależniona jest od energii elektronów wykorzystanych do obrazowania oglądanej powierzchni, gdyż ze wzrostem energii maleje ich długość fali. Najlepsza osiągnięta zdolność rozdzielcza wynosi około 0,05 nm, czyli jest 4000 razy lepsza niż w przypadku mikroskopów optycznych. Uwzględniając efekty relatywistyczne (elektrony w mikroskopie mogą poruszać się z prędkością zbliżoną do prędkości światła) można ją wyrazić wzorem:

$$R = \frac{1,22h}{\alpha \sqrt{2mE\left(1 + \frac{E}{2mc^2}\right)}}, \quad (3.4)$$

gdzie:

$h = 6,63 \cdot 10^{-34}$ J·s – stała Plancka,

α – kąt apertury obiektywu wyrażony w radianach,

m – masa spoczynkowa elektronu,

E – energia kinetyczna elektronu.

Zasada działania mikroskopów elektronowych jest podobna jak tradycyjnych mikroskopów optycznych, jednak wiązka światła została w nich zastąpiona wiązką elektronów o dużej energii. Wiązka elektronów kierowana jest wzdłuż osi optycznej mikroskopu za pomocą odpowiednio ukształtowanych pól magnetycznych lub elektrycznych, które oddziałują na obdarzone ładunkiem elektrony. Aby elektrony nie rozprasały się na cząsteczkach powietrza wymagane jest utrzymywanie wysokiej próżni (typowo $p < 10^{-4}$ Pa) w kolumnie mikroskopu.

Dodatkowo zapobiega to powstawaniu wyładowań między naładowanymi elementami optyki elektronowej (głównie działa elektronowego).

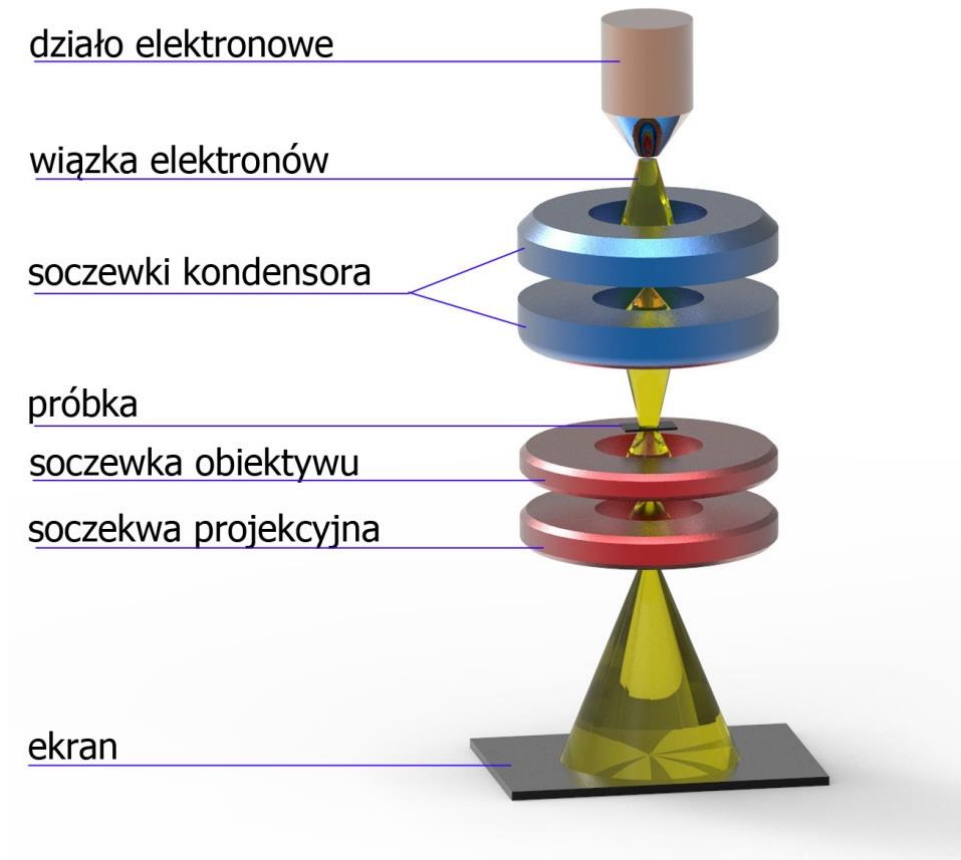
Podczas gdy w mikroskopach świetlnych układ optyczny bazuje na zasadzie odbicia i załamania światła, prowadzenie i ogniskowanie wiązki elektronów uzyskuje się za pomocą cewek i tzw. soczewek magnetycznych (rzadziej elektrostacyjnych). Ich podstawową zaletą jest możliwość płynnej regulacji ogniskowej za pomocą zmiany natężenia prądu przepływającego przez uzwojenie soczewki. Uformowana wiązka elektronów pada na badany obiekt, gdzie elektrony oddziałują z jego materiałem. Sposób późniejszego przetwarzania wiązki na obraz przedmiotu zależny jest od typu mikroskopu elektronowego. Najbardziej popularnymi urządzeniami są mikroskopy transmisyjne (TEM, ang. Transmission Electron Microscopy) i skaningowe (SEM, ang. Scanning Electron Microscopy). Rzadziej używane są mikroskopy refleksyjne i emisyjne [1, 5].

3.2.1. Mikroskopia elektronowa transmisyjna (TEM)

Obraz uzyskany za pomocą tunelowego mikroskopu elektronowego powstaje w wyniku prześwietlania badanej próbki wiązką elektronów (rys. 3.20) Aby to osiągnąć strumień elektronów wytwarzany jest przez działło elektronowe. Składa się ono z:

1. katody – elektrody emitującej elektrony w wyniku termoemisji (katoda podgrzewana prądem o wysokim natężeniu) lub emisji polowej (zimna katoda umieszczona w silnym polu elektrycznym),
2. elektrody ogniskującej (zwykle w formie cylindra Wehnelta) – skupiającej wiązkę elektronów,
3. anody – zapewniającej przyspieszenie elektronów (typowo napięciem 80-300 kV) i ich dodatkowe ogniskowanie.

Następnie wiązka elektronów trafia do soczewek kondensora, których zadaniem jest uformowanie równoległej wiązki elektronów padającej na próbkę. Po przejściu elektronów przez próbkę ich wiązka jest skupiana przez soczewki obiektywu, a potem przechodzi przez soczewki projektora, które służą do rozszerzenia wiązki na obraz na ekranie, dawniej fluorescencyjnym, obecnie matrycy CCD.



Rys. 3.20. Schemat ideowy transmisyjnego mikroskopu elektronowego

Aby umożliwić prześwietlenie próbki przez wiązkę elektronów wymagane jest specjalne przygotowanie próbek. Muszą one spełniać rygorystyczne wymagania, co wymusza często bardzo skomplikowany proces preparatyki. Wykorzystuje się metody pośrednie, w których prześwietla się nie samą próbkę, a wiernie przygotowaną replikę odwzorowującą topografię powierzchni lub metody bezpośrednie tzw. cienkich folii.

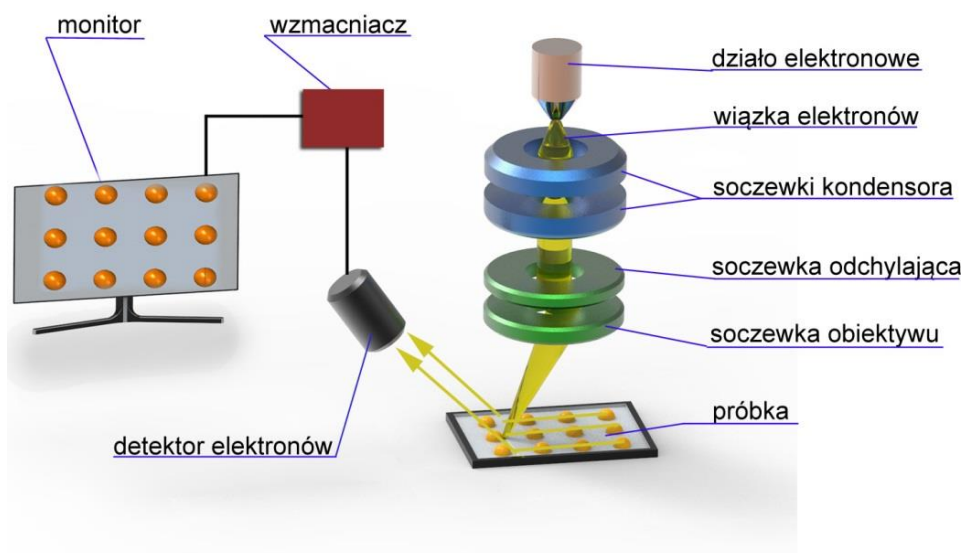
Do obserwacji mikrostruktury warstwy wierzchniej stosowana jest technika cienkich folii przygotowanych z badanego materiału. Zdolność do prześwietlenia próbki uzależniona jest od napięcia przyspieszającego elektrony, gęstości materiału oraz kwadratu liczby atomowej (Z^2). Z reguły próbka musi mieć grubość 50-200 nm. W celu uzyskania tak cienkich próbek stosuje się chemiczne

trawienie lub elektrolityczne polerowanie, począwszy od wycinania z większej całości np. obróbką elektroiskrową. Należy mieć na uwadze, aby nie doprowadzić do niepożądanych zmian struktury spowodowanych zgniotem lub podwyższoną temperaturą wycinania.

Repliki próbek uzyskuje się kilkoma sposobami. Repliki tlenkowe, lakowe lub napyłane można wytwarzać metodą jednostopniową. Polega ona na tworzeniu repliki bezpośrednio na próbce, którą następnie usuwa się. W metodzie dwustopniowej najpierw wykonuje się matrycę (replikę pośrednią) z łatwo rozpuszczalnego materiału, a następnie na replice pośredniej tworzy się replikę właściwą. Zaletą jest większa trwałość jednak gorsze odwzorowanie powierzchni.

3.2.2. Mikroskopia elektronowa skaningowa (SEM)

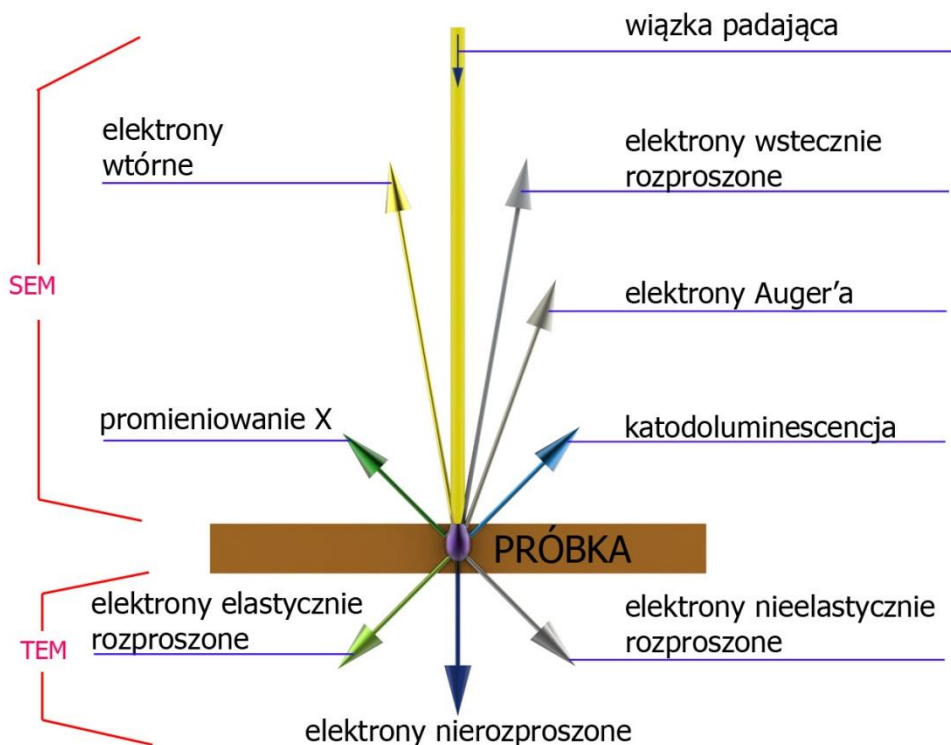
Zasada pracy skaningowego mikroskopu elektronowego opiera się na skanowaniu linia po linii wybranego obszaru badanej powierzchni przez wiązkę elektronów (rys. 3.21).



Rys. 3.21. Schemat ideowy skaningowego mikroskopu elektronowego

W odróżnieniu od TEM próbka nie znajduje się między soczewkami kondensora a soczewkami obiektywu, lecz na końcu drogi elektronów. Natomiast dodatkowym elementem umieszczonym za kondensorem są cewki odchylające

odpowiedzialne za zmianę kierunku wiązki podczas przemiatania badanego obszaru. Wiązka elektronów bombarduje skanowaną powierzchnię wywołując szereg różnego rodzaju zjawisk fizycznych. Część wiązki zostaje sprężyste lub niesprężyste rozproszona, emitowane są elektrony wtórne oraz elektrony Augera, jak również charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie i katodoluminescencja (rys. 3.22).



Rys. 3.22. Zjawiska fizyczne towarzyszące bombardowaniu próbki przez wiązkę elektronów

Należy podkreślić, że obraz tworzony za pomocą SEM nie jest obrazem „rzeczywistym”, lecz obrazem wirtualnym, który jest konstruowany na bazie sygnałów emitowanych przez próbkę. Uzyskiwana w ten sposób informacja jest zależna od wykorzystanego sygnału, co przedstawiono w tabeli 3.1. Zazwyczaj obraz w SEM jest mapą intensywności emisji elektronów wtórnych (SE) lub intensywności rozpraszania wstecznego elektronów (BSE). Zależność liczby takich elektronów od kąta padania wiązki na nierówną powierzchnię próbki prowadzi do powstania kontrastów tworzących obraz.

Tabela 3.1. Rodzaj informacji uzyskiwanej z poszczególnych zjawisk będących skutkiem oddziaływania wysokoenergetycznych elektronów z materiałą

sygnał	informacja	materiały	rozdzielczość
elektrony wtórne (SE)	topografia powierzchni	wszystkie	~ 1 nm
elektrony rozproszone wstecznie (BSE)	rozkład przestrzenny miejsc o różnej średniej liczbie atomowej (Z)	wszystkie	~ 1 nm
promieniowanie rentgenowskie (X)	skład pierwiastkowy	wszystkie (wskazana płaska powierzchnia)	~ 1 μm
katodoluminescencja (CL)	przerwa energetyczna, czasy życia nośników	izolatory, półprzewodniki	~ 1 μm

Specyfika tworzenia obrazu w SEM sprawia, że stosowane napięcia przyspieszające (do 30 kV) są znacznie niższe niż w TEM. W efekcie zdolność rozdzielcza SEM jest około 100 razy większa niż w mikroskopie optycznym, ale kilkadziesiąt razy mniejsza niż w TEM. Mimo, że w SEM elektrony nie muszą przedostać się na drugą stronę próbki istotne jest z jakiej głębokości pochodzą zarejestrowane informacje. Zasięg elektronów można wyznaczyć stosując zależność Kayany-Okayamy:

$$R = \frac{0,0276ME^{1,67}}{\rho Z^{0,89}}, \quad (3.5)$$

gdzie:

R – zasięg [μm],

M – masa molowa [g/mol],

ρ – gęstość [g/cm^3],

Z – liczba atomowa,

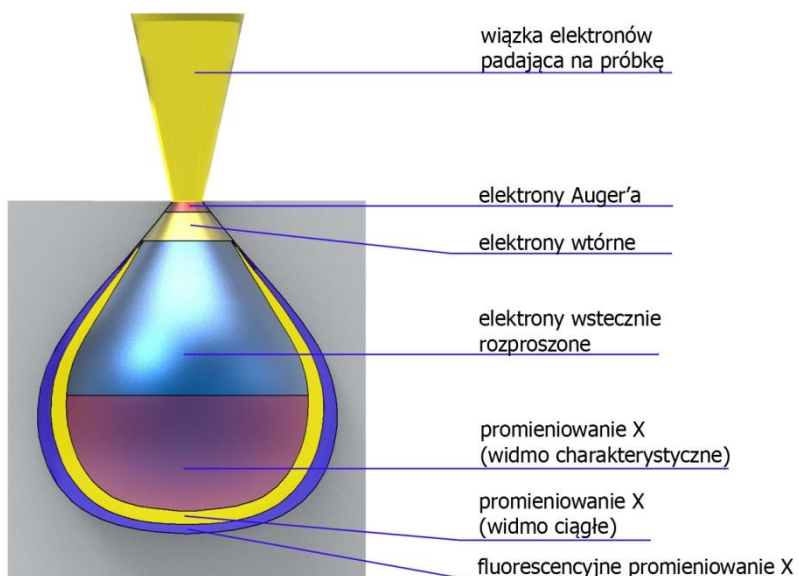
E – energia elektronów wiązki [keV].

W zależności od energii elektronów i bombardowanego nimi materiału zasięg zmienia się od kilkudziesięciu nm do ponad 10 μm (tabela 3.2). Ponadto prawdopodobieństwo wystąpienia poszczególnych zjawisk zapewniających in-

formacje o próbce (np. SE, BSE, X) zależy od głębokości (rys. 3.23), co należy uwzględnić interpretując wyniki uzyskane za pomocą SEM.

Tabela. 3.2. Zasięg elektronów o różnych energiach w wybranych materiałach

Materiał (Z)	Energia wiązki elektronów [keV]			
	5	10	20	30
	Głębokość penetracji [μm]			
C (6)	0,52	1,7	5,3	10,4
Al (13)	0,41	1,3	4,2	8,2
Fe (26)	0,16	0,51	1,6	3,1
Cu (29)	0,14	0,46	1,5	2,9
Au (79)	0,085	0,27	0,86	1,7

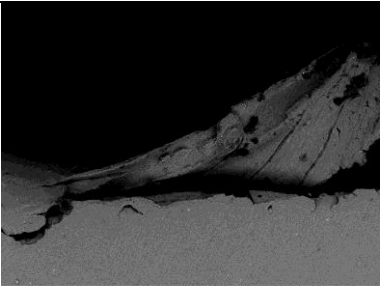
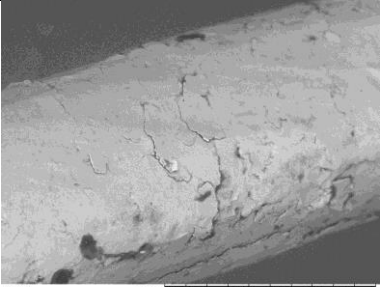
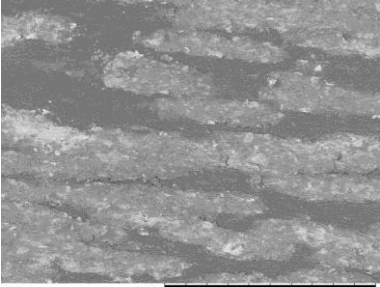


Rys. 3.23 Schematycznie przedstawione obszary penetracji wiązki elektronów, w których dominują poszczególne zjawiska będące skutkiem ich oddziaływania z materiałem

Mikroskopy skaningowe charakteryzują się bardzo dużą głębią ostrości, która jest około 300 razy większa niż w mikroskopii optycznej i znacznie większa niż w TEM. W efekcie uzyskiwany jest plastyczny obraz chropowatej powierzchni

i wrażenie trójwymiarowości. W tabeli 3.1 przedstawiono przykładowe zdjęcia wykonane przy użyciu technologii SEM.

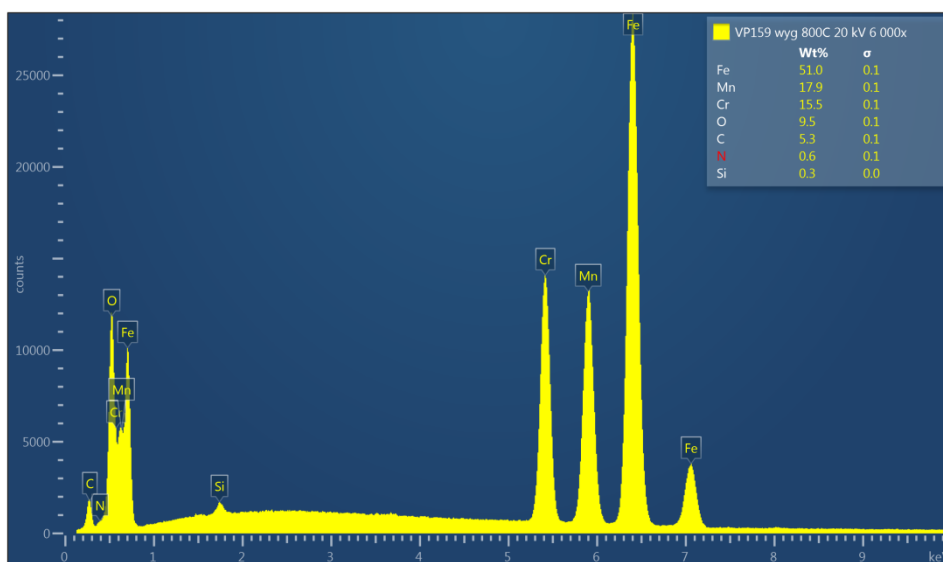
Tabela 3.3. Obrazy uzyskane technologią SEM

<i>parametry pracy SEM</i>	<i>obiekt</i>	<i>obraz</i>
napięcie przyspieszające: 15kV powiększenie: x180 odległość robocza 6,1 mm	zadzior po frezowaniu	 1890 2012-01-06 NL D4,6 x180 500 um
napięcie przyspieszające: 15kV powiększenie: x500 odległość robocza 7,4 mm	drut mosiężny	 1853 2012-01-06 NL D5,9 x500 200 um
napięcie przyspieszające: 15kV powiększenie: x200 odległość robocza 5,9 mm	powierzchnia po szczotko- waniu	 1832 2012-01-06 NL D4,4 x200 500 um

Znaczne rozszerzenie możliwości SEM zapewnia funkcja mikroanalizy rentgenowskiej, która pozwala określić własności próbki w każdym z punktów skanu. Umożliwia ona na uzyskanie informacji przede wszystkim o składzie chemicznym, ale również składzie fazowym, strukturze krystalograficznej i własnościach magnetycznych oraz elektrycznych. Do tego celu wykorzystywane są spektrometry z dyspersją energii (EDS, ang. Energy Dispersive Spectrometers)

lub spektrometry z dyspersją długości fali (WDS, ang. Wavelength Dispersive Spectrometers).

W EDS do detekcji promieniowania rentgenowskiego wykorzystywane są detektory półprzewodnikowe (zazwyczaj krzemowe, nie wymagające chłodzenia ciekłym azotem). Typowa rozdzielczość detektorów EDS wynosi 70 do 130 eV (w zależności od energii promieniowania) przy energiach sięgających kilkudziesięciu keV (granicą jest energia wzbudzających promieniowanie X elektronów z wiązki). Energia promieniowania X mierzona jest na podstawie ładunku, który generuje promieniowanie oddziałując z materiałem detektora. Jako wynik pomiaru generowane jest widmo energetyczne, tj. liczba zarejestrowanych fotonów X w funkcji ich energii (rys. 3.24). Następnie, na podstawie wykonanej wcześniej kalibracji, z widma określana jest zawartość poszczególnych pierwiastków. Jest to wykonywane automatycznie przez dedykowane oprogramowanie, lecz ze względu na możliwą niejednoznaczność wyników istotne są korekty (zazwyczaj wykluczenia lub wskazania pewnych pierwiastków) wykonywane przez operatora. W ten sposób EDS pozwala uzyskać informacje o zawartości pierwiastków z zakresu Be-Pu.

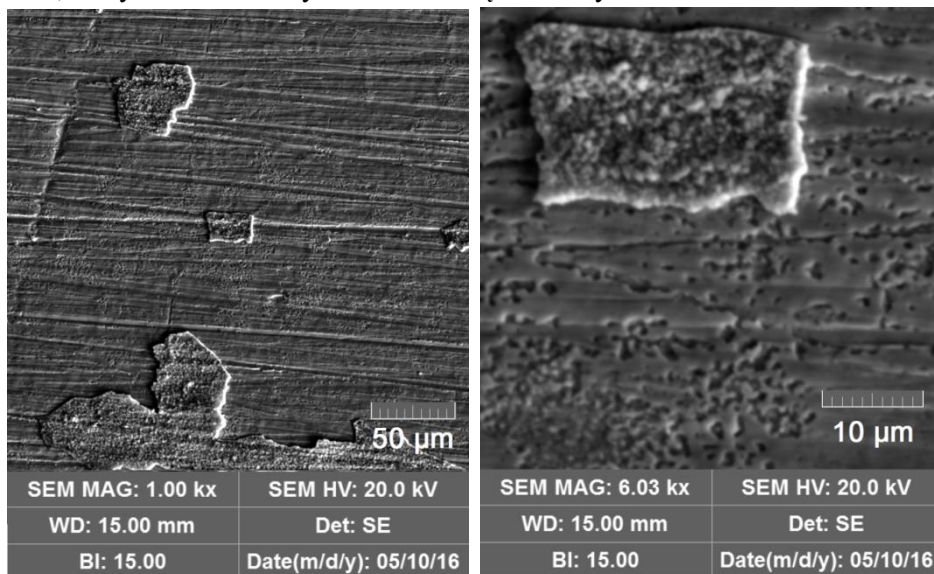


Rys. 3.24 Widmo energetyczne promieniowania rentgenowskiego zarejestrowanego przez spektrometr EDS dla wysokostopowej stali X4CrMnN16-12 (uśrednione dla całej badanej powierzchni)

Systemy WDS wykorzystują dyfrakcję rentgenowską jako metodę wyboru długości fali promieniowania X, które jest rejestrowane przez detektor (zazwyczaj licznik scyntylicyjny lub proporcjonalny). W odróżnieniu od EDS widmo nie jest rejestrowane jednocześnie dla wszystkich długości fali, lecz punkt po punkcie, co znacznie wydłuża czas pomiaru. Jednak rekompensuje to kilkadziesiąt razy lepszą zdolność rozdzielczą, która wynika z geometrii układu dyfrakcyjnego i wynosi w WDS od 2 do 20 eV. Ponadto dzięki separacji określonej długości fali możliwa jest praca przy wysokich prądach wiązki elektronowej, dzięki czemu uzyskiwana jest wysoka liczba zliczeń na sekundę.

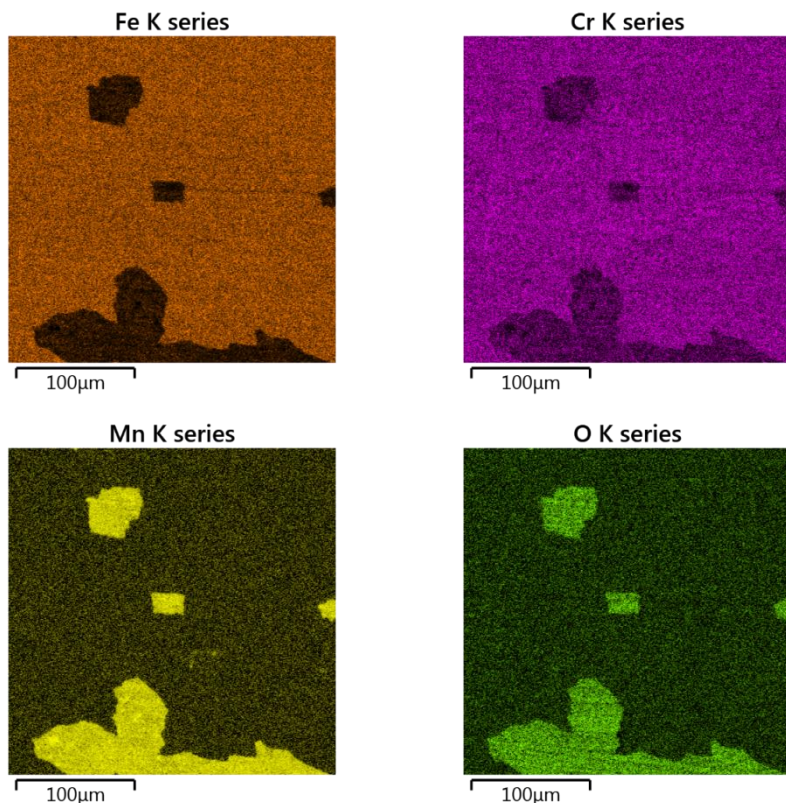
Pozwala to na wykrywanie za pomocą WDS koncentracji pierwiastków rzędu 0,01 %, czyli o rząd wielkości niższej niż w przypadku EDS. Jest to istotna zaleta w przypadku analiz śladowych. Dodatkowo uzyskiwane są wiarygodne wyniki analizy ilościowej dla lekkich pierwiastków, takich jak O, N i B. Jest to niemożliwe w EDS z powodu niskiego stosunku wysokości wierzchołków lekkich pierwiastków do poziomu tła.

Przykładem zastosowania mikroanalizy rentgenowskiej jest analiza skutków wygrzewania w 800 °C wysokostopowej stali X4CrMnN16-12, materiału o potencjalnym zastosowaniu w konstrukcji zbiorników ciśnieniowych reaktorów jądrowych [7]. Na rys. 3.25 widoczne są wytrącenia na powierzchni materiału, których struktura wyraźnie różni się od reszty materiału.



Rys. 3.25 Obrazy SEM o różnych powiększeniach dla wysokostopowej stali X4CrMnN16-12

Analiza EDS pozwala określić, że jest to zendra, w której dominuje MnO (rys. 3.26). Interpretację potwierdzają widoczne przy dużym powiększeniu SEM wżery w materiale, z których może pochodzić materiał zendry.



Rys. 3.26 Rozkład przestrzenny koncentracji wybranych pierwiastków określony za pomocą EDS dla powierzchni wysokostopowej stali X4CrMnN16-12, której widmo energetyczne zostało przedstawione na rys. 3.24, a obraz SEM na rys. 3.25

W odróżnieniu do skomplikowanego procesu przygotowania próbek do obserwacji w mikroskopach transmisyjnych, SEM pozwala badać niemal dowolne obiekty. W przypadku próbek metalowych zaleca się jedynie oczyszczenie powierzchni, zwłaszcza na potrzeby analizy składu pierwiastkowego, co jest dużą zaletą mikroskopii skaningowej. Natomiast w przypadku próbek niemetalowych zachodzi elektryzowanie się powierzchni, co skutkuje zwiększoną emisją elektronów wtórnych z powierzchni (widoczną na obrazie jako „świecenie”). Dlatego często konieczne jest pokrycie (np. poprzez naporowanie) obiektu cienką

warstwą materiału przewodzącego (np. metalu lub węgla o grubości kilku-kilkunastu nm). Niektóre odmiany SEM są przystosowane do pracy z nieprzewodzącymi próbkami: LV-SEM, E-SEM, Cryo-SEM itp.

Literatura

1. Barbacki A.: *Mikroskopia elektronowa*, Wyd. Politechniki Poznańskiej, Poznań 2005.
2. Brzozowski D., Wieczorowski M., Gapiński B.: *Pomiar geometrii i ocena powierzchni narzędzi za pomocą mikroskopu różnicowania ogniskowego*, Mechanik, 2017, nr 11, s.1020-1022.
3. Mendak M., Wieczorowski M., Grochalski K., Gapiński B.: *Ocena nierówności powierzchni toczonej i zużycia ostrza z wykorzystaniem mikroskopu różnicowania ogniskowego*, Mechanik, 2018, nr 8-9, s. 724-726.
4. Mendak M., Wieczorowski M., Grochalski K., Gapiński B.: *Wiarygodność pomiaru mikroskopowego geometrii frezu kulistego oraz jej wpływ na nierówności powierzchni po frezowaniu kopiowym*, Mechanik, 2018, nr 8-9, s. 710-712.
5. Przybyłowicz K.: *Metaloznastwo*, WNT Warszawa 2007.
6. Wieczorowski M.: *Wykorzystanie mikroskopii różnicowania ogniskowego do pomiaru nierówności i kształtu powierzchni*, [dostęp październik 2018] https://www.ita-polska.com.pl/baza_wiedzy/.
7. Wiertel M., Surowiec Z., Budzyński M., Vielichkov A.: *Badanie stabilności termicznej wysokoazotowej stali austenitycznej X4CrMnN16-12*, Ogólnopolskie Seminarium Spektroskopii Mössbauerowskiej Radom-Turno, 19-22 VI 2016.

4. POMIARY MIKROTWARDOŚCI

Jedną z ważnych właściwości materiałów stosowanych w przemyśle jest ich twardość. Twardość materiałów zaliczana jest do wielkości pozafizycznych, którymi fizyka się nie zajmuje, gdyż nie można ich powiązać ścisłymi prawami z innymi wielkościami. Wielkości pozafizyczne mogą być wyrażane za pomocą przybliżonych wzorów empirycznych [3].

Twardość materiałów może być mierzona wieloma sposobami [1, 2]. Najczęściej stosowane są sposoby oparte na statycznym wciskaniu ciała o określonym kształcie (np. kula, stożek, ostrosłup) i wymiarach, nazywanego wgłębnikiem, w badany materiał. Twardość materiału wgłębnika musi być dużo większa od twardości badanego materiału. W zależności od kształtu wgłębnika wyróżnia się różne sposoby pomiarów twardości (Brinella, Rockwella, Vickersa i in.)

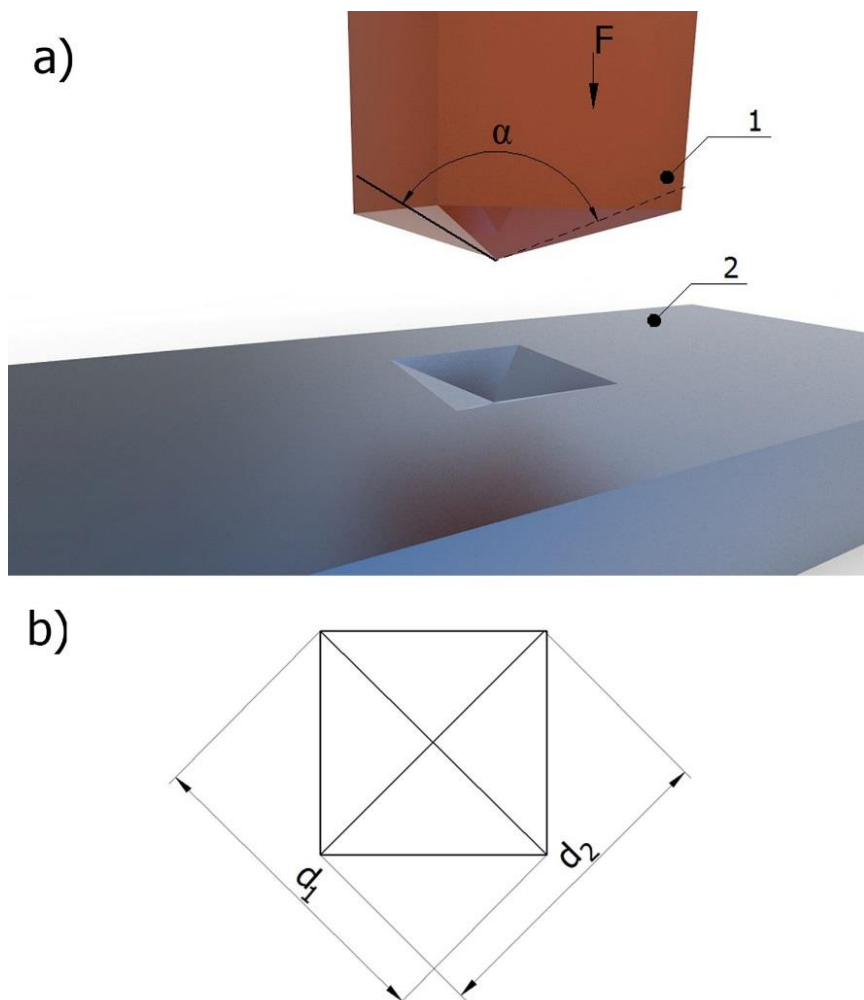
Pomiary twardości przy dużych i średnich obciążeniach, nazywane pomiarami makrotwardości, nie mogą być stosowane do określenia twardości przedmiotów, których przynajmniej jeden wymiar badanej powierzchni jest bardzo mały. Przykładem może być drut o małej średnicy, cienka taśma, czy też warstwa wierzchnia przedmiotu. W takich przypadkach stosowane są pomiary mikrotwardości, które zwykle określane są jako pomiary twardości przy obciążeniu wgłębnika siłą mniejszą od 9,81 N [1].

4.1. Sposoby pomiarów mikrotwardości

Pomiary mikrotwardości polegają na wciskaniu wgłębnika, z określoną siłą, w powierzchnię badanego przedmiotu, zmierzeniu charakterystycznych wymiarów powstałego odcisku oraz wyznaczeniu mikrotwardości według określonej formuły. Urządzenia do pomiarów mikrotwardości nazywane są mikrotwardościomierzami. Znane są różne sposoby pomiarów mikrotwardości. Najczęściej stosowany jest sposób Vickersa, rzadziej – sposób Knoopa, a zupełnie rzadko inne, np. Grodzińskiego albo zarysowania.

4.1.1. Sposób Vickersa

Pomiary mikrotwardości Vickersa od pomiarów twardości tym sposobem różnią się tylko wartością siły obciążającej. Zasada pomiaru twardości (i mikrotwardości) sposobem Vickersa przedstawiona została na rys. 4.1. Wgłębnik 1 jest wciskany w badany przedmiot 2 wskutek oddziaływania siły F . Po usunięciu siły obciążającej F na powierzchni przedmiotu powstaje odcisk, którego kształt jest widoczny na rys. 4.1b. Mierzone są przekątne odcisku d_1 oraz d_2 .



Rys. 4.1. Zasada pomiaru twardości (mikrotwardości) sposobem Vickersa: a) schemat obciążenia wglębnika, b) kształt odcisku (1 – wglębnik, 2 – badany przedmiot)

Wglębnik, wykonany z diamentu, ma kształt ostrosłupa prawidłowego o podstawie kwadratowej. Kąt między przeciwległymi ścianami α powinien wynosić 136° .

Zgodnie z normą PN – EN ISO 6507-1 próba mikrotwardości Vickersa powinna być przeprowadzana przy użyciu siły obciążającej nie mniejszej od 0,09807 N i mniejszej od 1,961 N. Jeżeli siła obciążająca mieści się w zakresie $1,961 \text{ N} \leq F < 49,03 \text{ N}$ to pomiar określany jest jako próba twardości Vickersa przy małej sile obciążającej, a gdy $F \geq 49,03 \text{ N}$ – próba twardości Vickersa [5].

Mikrotwardość Vickersa wyznaczana jest według wzoru:

$$HV = \frac{0,102F}{S_V}, \quad (4.1)$$

gdzie: F – siła obciążająca w N,

S_V – pole powierzchni bocznej odcisku w mm^2 .

Pole powierzchni bocznej odcisku jest równe polu powierzchni bocznej ostrosłupa prawidłowego o podstawie kwadratowej i może być obliczone z zależności:

$$S_V = \frac{d^2}{2\sin\frac{\alpha}{2}}, \quad (4.2)$$

gdzie d jest średnią arytmetyczną zmierzonych przekątnych d_1 i d_2 (w mm) kwadratu będącego rzutem odcisku na mierzoną powierzchnię (rys. 4.1).

Po uwzględnieniu, że $\frac{\alpha}{2} = 68^\circ$, zależność (4.2) przyjmie postać:

$$S_V = 0,539d^2, \quad (4.3)$$

Po uwzględnieniu wzoru (4.3) zależność (4.1) można wyrazić następująco:

$$HV = 0,1891 \frac{F}{d^2}. \quad (4.4)$$

W oznaczeniu mikrotwardości (podobnie jak twardości) Vickersa podaje się:

- 1) wartość mikrotwardości (twardości),
- 2) symbol HV,
- 3) wartość przybliżoną siły obciążającej, wyrażonej w kG ($1 \text{ kG} \cong 9,81 \text{ N}$),
- 4) czas działania obciążenia, jeżeli wartość tego czasu nie mieści się w zakresie od 10 s do 15 s.

Przykładowo, jeżeli wynik pomiaru mikrotwardości wynosi 318, a pomiar przeprowadzono przy obciążeniu siłą 0,981 N (około 0,1 kG) w czasie 15 s, to mikrotwardość należy zapisać następująco:

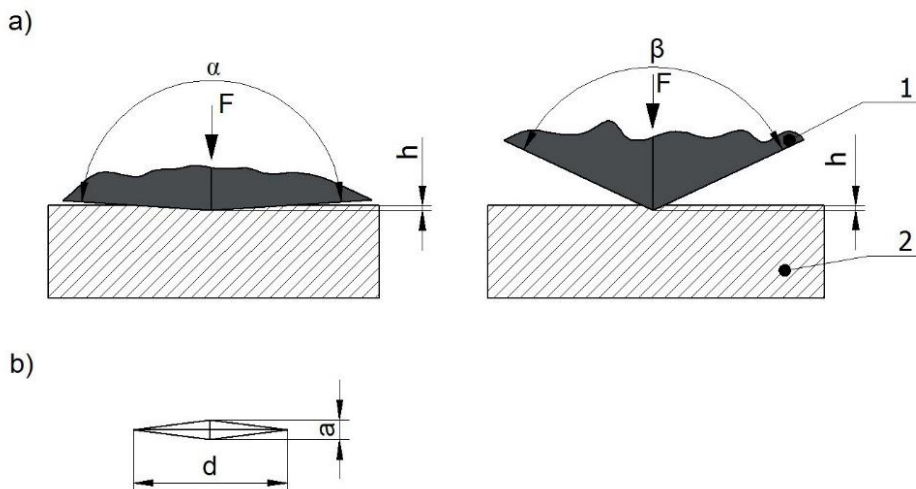
$$318HV0,1.$$

Wartość siły obciążającej podaje się z tego względu, że od wartości tej zależy wynik pomiaru mikrotwardości. Zwykle ze zmniejszaniem obciążenia zmierzono-

na wartość mikrotwardości wykazuje większe wartości, co uzasadniane jest słusnością prawa Meyera dla pomiarów mikrotwardości Vickersa [2].

4.1.2. Sposób Knoop

Sposób Knoop polega na statycznym wciskaniu z siłą F w powierzchnię badanego przedmiotu 2 diamentowego wgłębnika 1 w kształcie ostrosłupa o podstawie rombu i następnie zmierzeniu dłuższej przekątnej d , powstałego po usunięciu siły obciążającej, odcisku (rys. 4.2). Przeciwległe krawędzie tworzą ze sobą różne kąty $\alpha = 172^{\circ}30'$ oraz $\beta = 130^{\circ}$.



Rys. 4.2. Zasada pomiaru mikrotwardości sposobem Knoop: a) schemat obciążenia wgłębnika, b) kształt odcisku (1 – wgłębnik, 2 – badany przedmiot)

Mikrotwardość (także twardość) Knoopa obliczana jest na podstawie zależności:

$$HK = \frac{0,102F}{S_K}, \quad (4.5)$$

gdzie:

F – siła obciążająca w N,

S_K – pole powierzchni rzutu odcisku na badaną powierzchnię w mm^2 (badana powierzchnia musi być płaska i prostopadła do kierunku działania siły F).

Rzut powierzchni odcisku jest rombem, a zatem jego pole jest równe:

$$S_K = \frac{1}{2}ad. \quad (4.6)$$

Z rys. 4.2 wynika zależność:

$$h = \frac{d}{2tg\frac{\alpha}{2}} = \frac{a}{2tg\frac{\beta}{2}}. \quad (4.7)$$

Po wykonaniu przekształceń i podstawieniu wartości α oraz β otrzymuje się:

$$a = d \frac{tg\frac{\beta}{2}}{tg\frac{\alpha}{2}} = 0,1406d. \quad (4.8)$$

Po uwzględnieniu zależności (4.6) i (4.8) wzór (4.5) otrzymuje postać:

$$HK = 1,451 \frac{F}{d^2}. \quad (4.9)$$

W powyższym wzorze siła obciążająca F wyrażona jest w N, a dłuższa przekątna rombu d w mm.

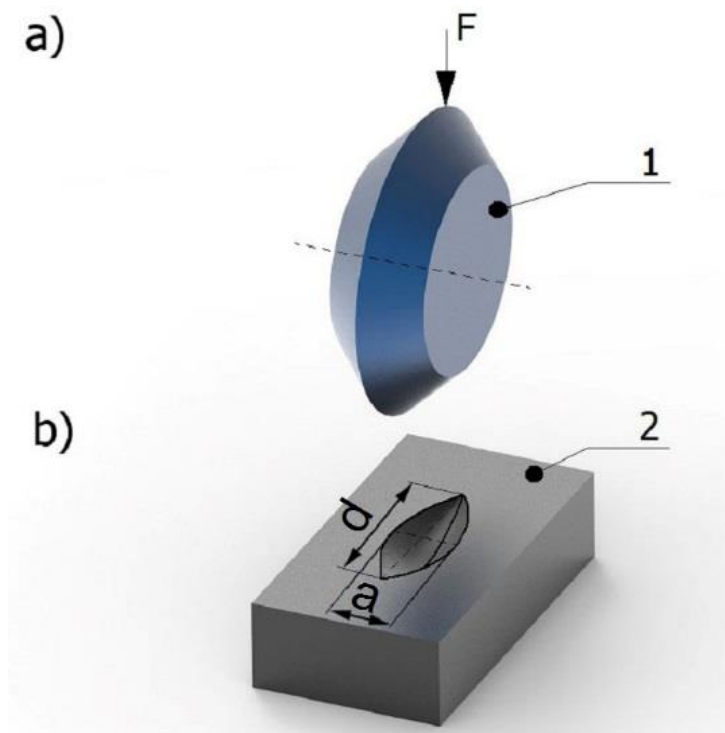
Podobnie jak mikrotwardość Vickersa oznacza się mikrotwardość Knoop, a zasady jej oznaczania podane są w normie PN – EN ISO 4545 – 1. Przykładowo, symbol 480HK0,05 oznacza, że mikrotwardość Knoop wynosi 480, pomiaru dokonano przy obciążeniu 0,490 N (około 0,05 kG), a czas działania obciążenia był w zakresie od 10 s do 15 s.

Wartość siły obciążającej powinna zawierać się w granicach od 0,09807 N, co odpowiada w przybliżeniu 0,01 kG (symbol HK0,01) do 19,614 N, co jest równe w przybliżeniu 2 kG (HK2). Zalecane wartości siły obciążającej podane są w normie PN – EN ISO 4545 – 1.

Długość dłuższej przekątnej odcisku powinna być określona z dokładnością co najmniej $\pm 0,001$ mm. Jedna połowa dłuższej przekątnej nie powinna różnić się od drugiej połowy o więcej niż 10% ich długości. Wyniki pomiarów z odchyłką przekraczającą 10% należy odrzucić [4].

4.1.3. Sposób Grodzińskiego

Pomiar twardości sposobem Grodzińskiego przedstawiony został na rys. 4.3. Wgłębnik w kształcie podwójnego stożka (dwa stożki połączone ze sobą podstawami) jest wciskany statycznie z siłą F w powierzchnię badanego przedmiotu. Powstający odcisk jest ograniczony dwoma hiperbolami i jego wymiar d jest dużo większy od wymiaru a (rys. 4.3b). Miarą twardości Grodzińskiego jest stosunek siły działającej na wgłębnik do pola powierzchni odcisku, obliczanego na podstawie pomiaru dłuższego wymiaru d [1]. Twardość Grodzińskiego oznacza się symbolem HG lub HDC (od nazwy angielskiej: Hardness Double Cone).



Rys. 4.3. Zasada pomiaru mikrotwardości sposobem Grodzińskiego: a) schemat obciążenia wgłębnika, b) kształt odcisku (1 – wgłębnik, 2 – badany przedmiot)

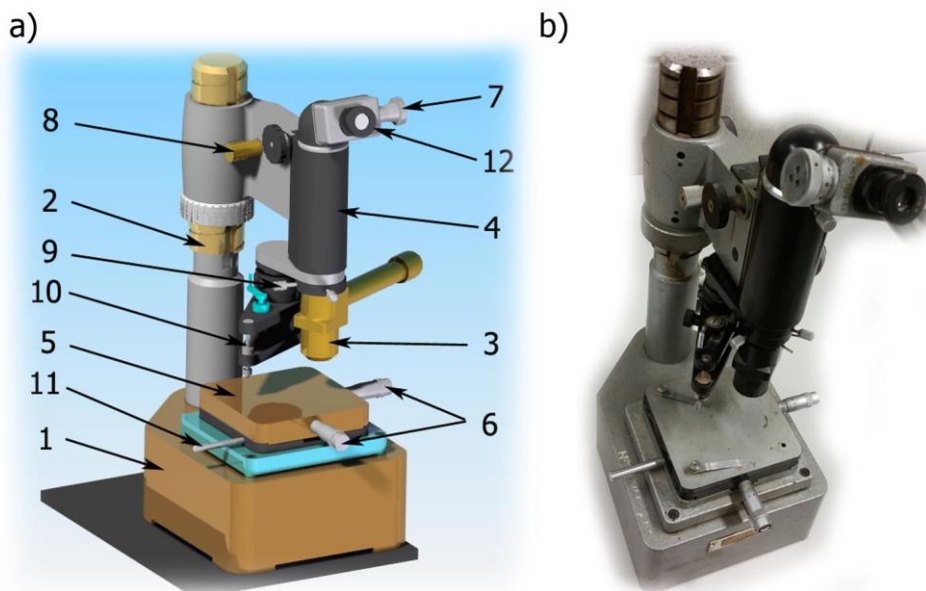
Duża wartość wymiaru d odcisku w stosunku do wymiaru a wskazuje na większą dokładność sposobu Grodzińskiego w porównaniu ze sposobem Knoop, a zwłaszcza Vickersa. Jednakże sposób ten obarczony jest też błędami, które związane są z błędami płaskości próbki i prostopadłości badanej próbki do kierunku działania siły obciążającej wgłębnik, złą widocznością wydłużonych koń-

ców odcisków, a także dużym wpływem wahań głębokości odcisku na wartość twardości [1].

Pomiary twardości sposobem Grodzińskiego, mimo że są znane od wielu lat, nie znalazły szerszego zastosowania.

4.2. Urządzenia do pomiarów mikrotwardości

Bardzo popularnym w ubiegłym wieku urządzeniem do pomiaru mikrotwardości, będącym na wyposażeniu wielu ośrodków badawczych, był mikrotwardościomierz PMT-3, który został przedstawiony na rys. 4.4. Zasada pomiaru, zgodnie z którą wyznacza się mikrotwardość urządzeniem PMT-3 pozostaje niezmienna nawet dla nowoczesnych w pełni skomputeryzowanych mikrotwardościomierzy. Diamentowy wgłębnik wciskany jest w materiał badany pod określonym naciskiem. Po dokonaniu odcisku mierzona jest długość przekątnych otrzymanego odcisku.



Rys.4.4. Mikrotwardościomierz PMT-3: a) model, b) widok rzeczywisty

Wielkość twardości określa się jako stosunek siły F [kG], do pola powierzchni bocznej odcisniętego zagłębienia, przy założeniu, że kąty odcisku odpowiadają kątom wgłębnika. Możliwe są pomiary obciążnikami o masie: 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200 gramów.

Podstawowymi częściami składowymi mikrotwardościomierza są: korpus ze stolikiem do mocowania przedmiotu i głowica z mechanizmem obciążenia Kor-

pus składa się z podstawy 1 i kolumny 2, mającej powierzchnie śrubową. Po kolumnie przesuwa się wspornik wraz z tubusem 4. We wsporniku umieszczone są mechanizmy zgrubnego i dokładnego przesuwu. Przesuw zgrubny uzyskuje się pokrętką 8. Górna część stolika 5, na który nakłada się przedmiot badany, może przemieszczać się w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach za pośrednictwem śrub mikrometrycznych 6, oraz może się obracać za pomocą dźwigni 11. Oprawka mechanizmu obciążenia 10 skonstruowana jest tak, aby w wgłębnik można było założyć żądane obciążenie. Próbkę ustawia się w polu widzenia obiektywu 3. Odcisk wywołany przez diamentowy wgłębnik obserwuje się w okularze 12, natomiast średnicę odcisku mierzy przesuwając siatkę okularu za pomocą śruby mikrometrycznej 7.

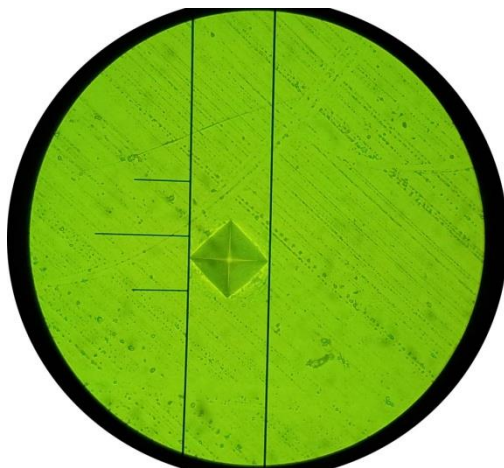
Innym bardzo popularnym obecnie stosowanym urządzeniem jest mikrotwardościomierz Leco LM700AT widoczny na rys. 4.5. W zależności od zastosowanego wgłębnika możliwy jest pomiar metodą Vickersa lub Knoopa.



Rys. 4.5. Mikrotwardościomierz Leco LM700AT

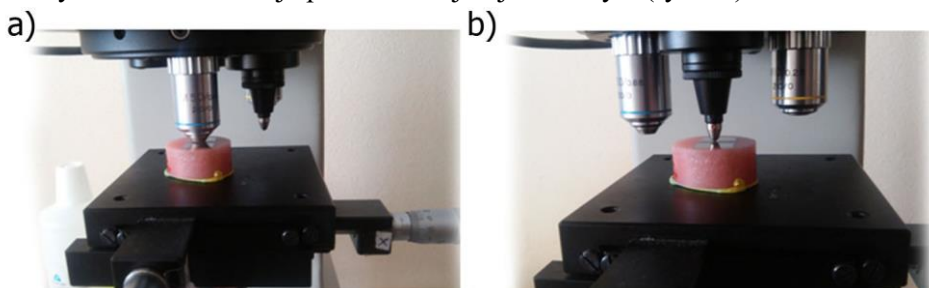
Urządzenie wyposażone jest w dotykowy wyświetlacz, na którym podane są niezbędne informacje związane z bieżącym pomiarem takie jak długość przekątnych, wartość mikrotwardości, wielkość obciążenia, czas działania wgłębnika. Ponadto możliwy jest obrót obiektywu, ustawienie intensywności podświetlenia i resetowanie rozstawu kres pomiarowych, które należy skalibrować po każdorazowym uruchomieniu urządzenia. Na rys. 4.6 przedstawiono przykładowy od-

cisk wraz z widocznymi kresami pomiarowymi w okularze mikrotwardościomierza.



Rys. 4.6. Odcisk wraz z widocznymi kresami pomiarowymi

Dużą zaletą w stosunku do poprzednio omawianego urządzenia jest sposób pomiaru. Po wybraniu miejsca pomiaru i wybraniu z ekranu dotykowego klawisza "start" pomiar odbywa się automatycznie. Następuje obrót rewolwera i ustawienie wglębnika nad badaną próbką. Po zakończeniu próby ponownie nad wykonanym odciskiem swoje położenie zajmuje obiektyw (rys 4.7).

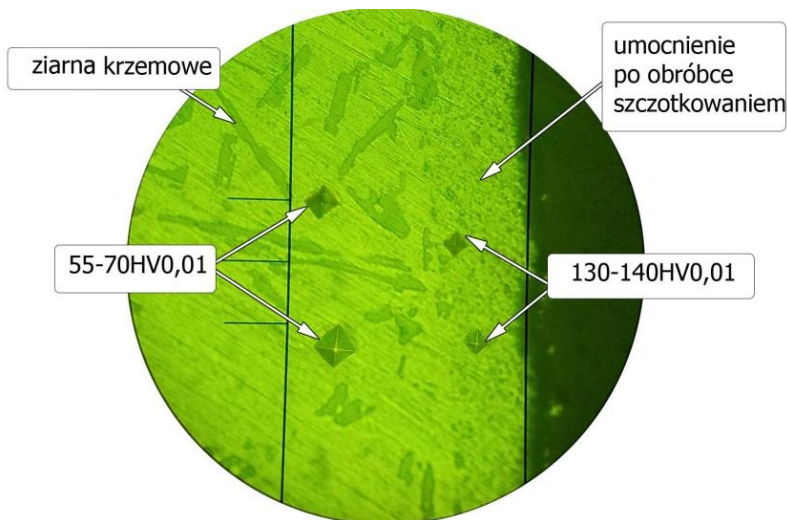


Rys. 4.7. Przebieg pomiaru: a) ustawienie obiektywu nad powierzchnią, b) ustawienie wglębnika nad powierzchnią próbki

Przy okularze znajdują się dwa pokręta przesuwu kres pomiarowych. Jedno z pokręteł umożliwia przesuwanie dwoma kresami (odległość między kresami nie zmienia się), natomiast drugie pokrętko powoduje przesuwanie się tylko jednej kresy, co umożliwia zmianę odległości między kresami. Dzięki temu możliwe jest dowolne ustawienie kres i ich rozstawu w polu widzenia. Ponadto przy okularze znajduje się przycisk zatwierdzenia długości przekątnej, co sygnalizuje

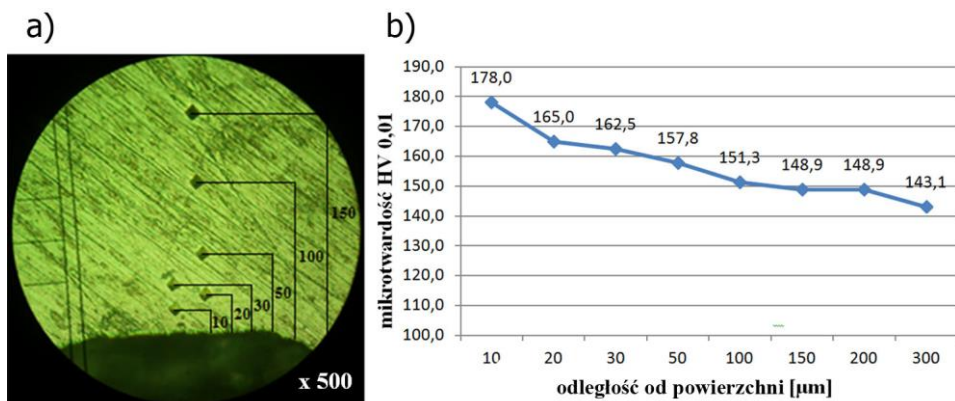
wane jest dodatkowo sygnałem dźwiękowym. Po zatwierdzeniu długości drugiej przekątnej automatycznie wyświetlana jest wartość mikrotwardości na podstawie zmierzonych długości przekątnych. Do urządzenia można podłączyć kamerę w celu obserwacji odcisków na monitorze komputera. Rewolwer posiada gniazda na dodatkowe obiektywy o różnym powiększeniu.

Zmiany właściwości warstwy wierzchniej poprzez obróbkę mechaniczną niemal zawsze związane są ze zmianami mikrotwardości. Na rys. 4.8 przedstawiono widok odcisków na zglądzie metalograficznym próbki wykonanej ze stopu aluminium AlSi10Mg po obróbce szczotkowaniem. Nagniatający charakter oddziaływania włókien szczotki na powierzchnię obrabianą wraz z wysoką temperaturą procesu doprowadził do wytworzenia cienkiej umocnionej warstwy.



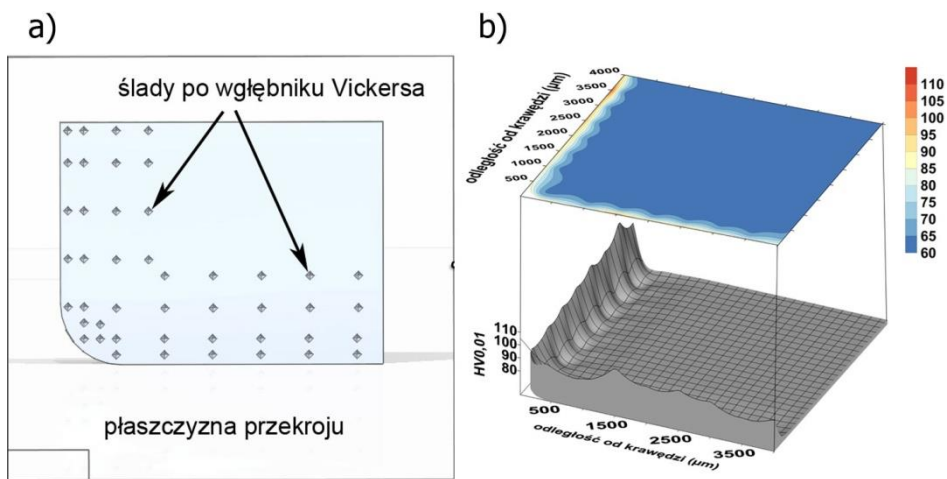
Rys. 4.8. Umocnienie po obróbce szczotkowaniem stopu AlSi10Mg

Za pomocą tych samych kres, którymi dokonuje się pomiaru przekątnych odcisku można określić odległość odcisku np. od krawędzi próbki lub względem sąsiadujących odcisków, co zobrazowano na rys. 4.9a. Podejście to wykorzystywane jest w celu określenia rozkładu mikrotwardości w funkcji odległości od powierzchni (rys. 4.9b).



Rys. 4.9. Rozkład mikrotwardości w funkcji odległości od powierzchni: a) metodyka pomiaru, b) przykładowy rozkład mikrotwardości

Uwzględniając dodatkowo możliwość przesuwania próbki znajdującej się na stoliku mikrotwardościomierza z dokładnością do 0,01mm za pomocą śrub mikrometrycznych, możliwe jest wykonanie macierzy odcisków o dowolnej konfiguracji. Umożliwia to przedstawienie umocnienia powierzchni za pomocą przestrzennych map (rys. 4.10).



Rys. 4.10. Przestrzenna prezentacja umocnienia warstwy wierzchniej: a) macierz odcisków, b) przykładowa wizualizacja umocnienia

Najbardziej zaawansowane urządzenia do pomiaru mikrotwardości pozwalają niemal w sposób automatyczny dokonać pomiaru mikrotwardości za pomocą specjalistycznego oprogramowania. Zamiast śrub mikrometrycznych do przesuwu stolika pomiarowego stosowane są silniki krokowe zintegrowane ze sterow-

nikiem panelu sterującego. W ten sposób można zaplanować całą serię pomiarów w różnych miejscach a wyniki przedstawić w formie raportu wraz z wykresami, zdjęciami i rozkładem mikrotwardości. Wykorzystanie technologii rozpoznawania obrazu pozwala na wyznaczenie wartości mikrotwardości bez ręcznego ustawiania kres pomiarowych.

Literatura

1. Błażewski S., Mikoszewski J.: *Pomiary twardości metali*. WN-T Warszawa 1981.
2. Dobrzański L., Nowosielski R.: *Metody badań metali i stopów. Badania własności fizycznych*. WN-T Warszawa 1987.
3. Zięba A.: *Analiza danych w naukach ścisłych i technice*. PWN Warszawa 2013.
4. PN – EN ISO 4545 – 1. 2006 *Metale. Pomiar twardości sposobem Knoop*. Część 1: *Metoda badania*.
5. PN – EN ISO 6507 – 1. 2007 *Metale. Pomiar twardości sposobem Vickersa*. Część 1: *Metoda badań*.

5. POMIARY NAPRĘŻEŃ WŁASNYCH

Określenie „naprężenia własne” pojawiło się w polskiej literaturze naukowej w latach czterdziestych XX wieku [9]. Przyczyną powstawania w danym przedmiocie określonego stanu naprężeń podczas jego wytwarzania, montażu i eksploatacji są zmiany energetyczne. Odształcenia warstwy wierzchniej przedmiotu występujące podczas wytwarzania, montażu czy eksploatacji wiążą się z wykonaniem określonej pracy. Część pracy (energii) odkształceń wydzielana jest w postaci ciepła, a część pozostaje w tej warstwie wpływając na zwiększenie energii wewnętrznej. Energią naprężeń własnych nazywana jest różnica między energią odkształconego ciała a energią tego ciała przed odkształceniem (w stanie wyjściowym) [9].

5.1. Rodzaje i powstawanie naprężeń własnych

Rozróżnia się trzy rodzaje naprężeń własnych (wg klasyfikacji Davidenkova) [2]:

- naprężenia I rodzaju (makronaprężenia), które równoważą się w objętości obejmującej dużą część objętości całego przedmiotu, np. w całej WW lub w znacznej jej części;
- naprężenia II rodzaju (mikronaprężenia), które równoważą się w objętości niewielkiej liczby ziaren czy jednego ziarna;
- naprężenia III rodzaju (submikronaprężenia), które równoważą się w objętości jednego kryształu.

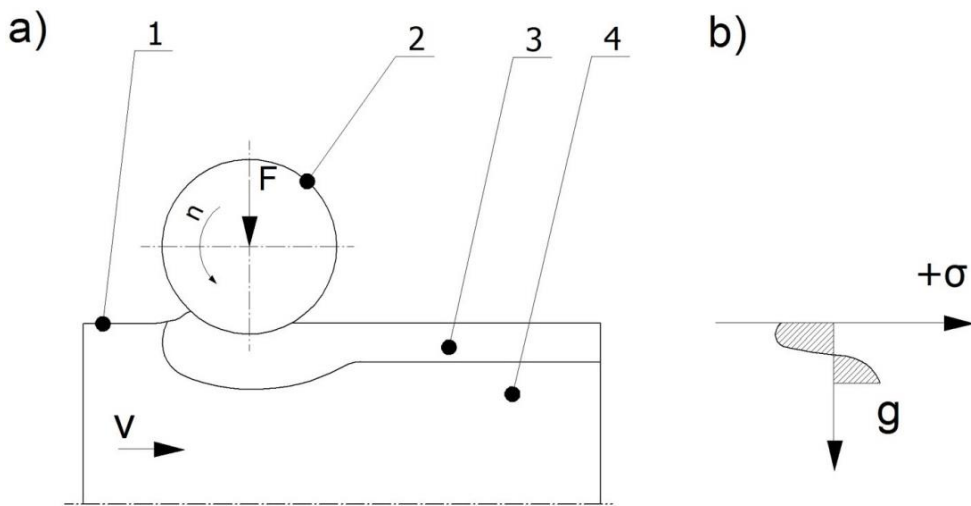
Przyczyny powstawania naprężeń własnych w warstwie wierzchniej przedmiotów w czasie ich wytwarzania bądź eksploatacji można podzielić następująco [2]:

- przyczyny mechaniczne,
- przyczyny cieplne,
- przyczyny strukturalne.

Mechaniczne przyczyny powstawania naprężeń własnych (używana jest też nazwa „model mechaniczny” [4]) są związane z nierównomiernym odkształceniem plastycznym na zimno warstwy materiału położonej pod powierzchnią przedmiotu. Wskutek tych odkształceń następuje zmiana orientacji składników struktury metalograficznej w warstwach położonych bezpośrednio pod powierzchnią (makroodkształcenia). Z powodu odkształceń plastycznych następuje też rozdrobnienie objętości poszczególnych składników strukturalnych na fragmenty i bloki oraz sprężysto-plastyczne oddziaływanie położonych obok siebie

ziaren (mikroodkształcenia), czemu towarzyszy ruch dyslokacji, a także zmiana ich rozmieszczenia i rodzaju [2]. Dyslokacjom koncentrującym się wokół linii poślizgów towarzyszą pola naprężeń. Do dalszego rozprzestrzeniania się dyslokacji konieczny jest wzrost siły. Odkształcenia plastyczne na zimno są związane ze wzrostem gęstości dyslokacji. Przykładowo, w stali C45 nienagniatanej gęstość dyslokacji wynosi około 10^7 cm^{-2} , natomiast po nagniataniu wzrasta do około $8,5 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ [8]. W następstwie wzrostu gęstości dyslokacji następuje zwiększenie objętości właściwej (zmniejszenie gęstości) odkształconego plastycznie materiału, które może wynosić około $(0,3 \div 0,8)\%$ [2].

Powstawanie naprężeń własnych według modelu mechanicznego, na przykładzie nagniatania, przedstawiono na rys. 5.1. Po powierzchni przedmiotu 1 toczy się krążek 2, dociskany do tej powierzchni siłą F , powodując zgniot materiału warstwy 3. Na skutek zgniotu następuje wzrost objętości właściwej materiału tej warstwy w stosunku do materiału warstw głębiej położonych 4. Warstwa 3 jest „związana” z warstwą 4, zatem nie może powiększyć swoich wymiarów. W tej sytuacji w warstwie 3 powstają naprężenia ściskające, a w warstwie 4 (na pewnej głębokości) – rozciągające.

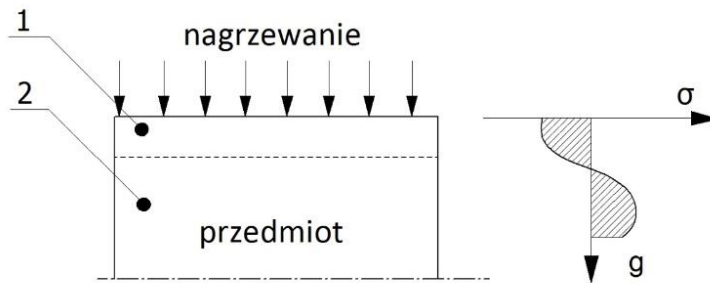


Rys. 5.1. Powstawanie naprężeń własnych wskutek oddziaływania mechanicznego: a) schemat nagniatania, b) rozkład naprężeń własnych (1 – przedmiot obrabiany, 2 – krążek, 3 – warstwa o zwiększonej objętości właściwej, 4 – materiał o niezwiększonej objętości właściwej)

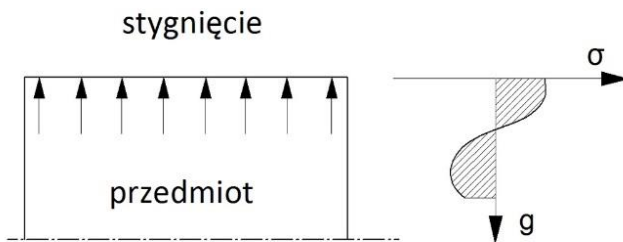
Typowy rozkład naprężeń własnych σ , ukształtowanych według modelu mechanicznego, w funkcji odległości od powierzchni g przedstawiono na rys. 5.1b.

Naprężenia własne spowodowane czynnikami cieplnymi związane są z nagrzewaniem i studzeniem przedmiotu (rys. 5.2). Podczas nagrzewania dostarczane z zewnątrz ciepło powoduje szybsze nagrzewanie się warstwy materiału 1, położonej bezpośrednio pod powierzchnią przedmiotu, niż materiału położonego głębiej 2. Warstwy podpowierzchniowe osiągną wyższą temperaturę i wskutek rozszerzalności cieplnej „dążą” do zwiększenia swoich wymiarów. Powiązanie materiału warstw podpowierzchniowych z materiałem położonym głębiej ogranicza możliwości rozszerzenia się warstw podpowierzchniowych i w tych warunkach w warstwach położonych bezpośrednio pod powierzchnią powstają naprężenia ściskające. Ze wzrostem głębokości naprężenia ściskające maleją, przechodząc na pewnej głębokości w naprężenia rozciągające (rys. 5.2a).

a)



b)



Rys. 5.2. Powstawanie naprężeń własnych wskutek oddziaływania cieplnego: a) rozkład naprężeń własnych po nagrzaniu, b) rozkład naprężeń własnych po ostygnięciu (1 – warstwa odkształcona plastycznie podczas nagrzewania, 2 – warstwa odkształcona tylko sprężysto)

W przypadku, gdy wartość temperatury będzie dostatecznie wysoka, to naprężenia ściskające przekroczą granicę plastyczności, która jest mniejsza w podwyższonej temperaturze, a zatem nastąpi odkształcenie plastyczne warstwy podpowierzchniowej.

Podczas stygnięcia temperatura obniża się i następuje zmniejszanie się wymiarów nagrzanym wcześniej warstw materiał. Po całkowitym ostygnięciu warstwy głębiej położone, odkształcone tylko sprężycie, powracają do stanu wyjściowego, natomiast warstwy podpowierzchniowe, odkształcone również plastycznie (przez ściskanie), „dążą” do dalszego zmniejszania swoich wymiarów. W tych warunkach w warstwach podpowierzchniowych powstają naprężenia własne rozciągające, a w warstwach głębiej położonych – ściskające (rys. 5.2b) [2, 4].

Rozciągające naprężenia własne wpływają niekorzystnie na wytrzymałość zmęczeniową elementów maszyn narażonych na obciążenia zmienne, gdyż sumują się z naprężeniami rozciągającymi pochodzącymi od obciążeń zewnętrznych.

Naprężenia własne powstające na skutek przyczyn strukturalnych są związane z przemianami fazowymi poszczególnych składników strukturalnych materiału warstwy wierzchniej. Przemiany te najczęściej zachodzą wskutek zmian temperatury, przy czym zależą nie tylko od wartości temperatury ale także od szybkości zmian tej wartości (chłodzenia). Przemianom fazowym towarzyszą zmiany objętości właściwej materiału, które zwykle wynoszą (0,5 ÷ 1,5)%, a niekiedy mogą osiągać nawet 3% i są większe w porównaniu ze zmianami objętości właściwej wskutek rozszerzalności cieplnej [2]. Wzrost objętości właściwej materiału warstwy wierzchniej wskutek przemian fazowych powoduje powstanie w tej warstwie ściskających naprężeń własnych (w rdzeniu powstają naprężenia rozciągające), a zmniejszenie objętości właściwej – naprężeń rozciągających.

5.2. Metody pomiarów naprężeń własnych

Pomiary naprężeń własnych mogą być przeprowadzone metodami niszczącymi (badany przedmiot) i nieniszczącymi. Do badań niszczących można zaliczyć metodę mechaniczną i trepanacyjną, a do nieniszczących – rentgenowską, ultradźwiękową, dyfrakcji neutronów, szumów Barkhausena.

5.2.1. Metody nieniszczące pomiarów naprężeń własnych

Dyfrakcja rentgenowska jest nieniszczącą techniką badawczą stosowaną do pomiaru naprężeń na powierzchni. Rentgenowskie metody sprowadzają się do precyzyjnego pomiaru stałej sieci krystalograficznej w oparciu o prawo Bragga:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta, \quad (5.1)$$

gdzie:

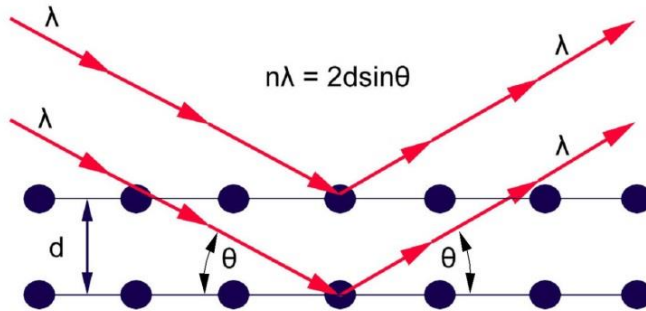
n – rząd ugięcia ($n = 1, 2, 3, \dots$)

λ – długość fali padającego promieniowania,

d_{hkl} – odległość międzypłaszczyznowa dla płaszczyzn o wskaźnikach Millera hkl ,

θ – kąt dyfrakcji.

Ugięcie promieni rentgenowskich według prawa Bragga występuje tylko dla pewnych kątów θ , które są ściśle określone i uzależnione od odległości poszczególnych płaszczyzn, a także od długości fali promieniowania. Zmiana wzajemnych odległości poszczególnych płaszczyzn, wywołana naprężeniami mechanicznymi, powoduje zmianę kątów dyfrakcji stosowanego promieniowania [1, 3]. Schemat obrazujący prawo Bragga przedstawia rys. 5.3.

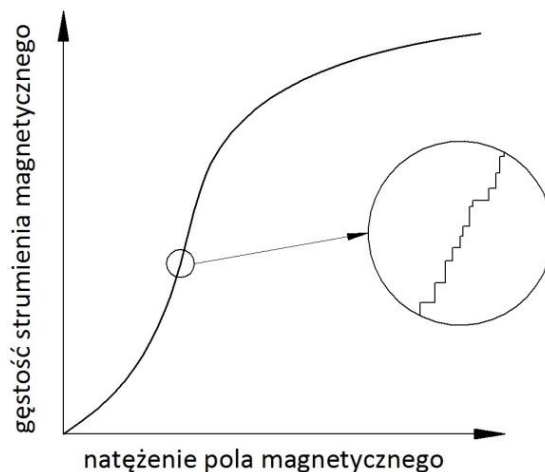


Rys. 5.3. Schemat prawa Bragga

Wyróżnia się kilka technik wyznaczania naprężeń własnych metodą dyfrakcji rentgenowskiej. Do najczęściej stosowanych należy metoda $\sin^2\psi$, oparta na pomiarze kąta pomiędzy normalną do próbki i normalną do płaszczyzny dyfrakcji.

Metoda rentgenowska ma pewne ograniczenia, wynikają one z wymiarów i geometrii próbki, ponieważ wiązka promieni musi mieć możliwość omiatańcia badanego fragmentu powierzchni, a także uginania promieni. Możliwe jest wyznaczenie naprężeń w cienkich przypowierzchniowych warstwach a powierzchnia powinna być odpowiednio przygotowana, gdyż zbyt duża chropowatość utrudnia pomiary.

Inna metoda, zaliczana do grupy nieniszczących, polega na wykorzystaniu efektu Barkhausena. W metodzie tej wykorzystywane są zależności pomiędzy właściwościami magnetycznymi materiałów ferromagnetycznych a stanem naprężeń materiału, będące konsekwencją występowania magnetostrykcji i efektu magnetosprężystego. Materiały, w których obserwuje się efekt Barkhausena, zbudowane są z domen magnetycznych. Zewnętrzne pole magnetyczne powoduje przesuwanie się granic domen, a ich zmiany mają charakter skokowy. Każdy skok odpowiada zmianie polaryzacji jednej domeny. Jeżeli jednocześnie zostanie przyłożona cewka, to każda taka zmiana będzie indukować impuls napięcia. W większej objętości impulsy te łączą się w sygnał o charakterze szumu, który nazywany jest szumem Barkhausena. Jeżeli próbka poddana będzie jednorodnemu naprężeniu jednoosiowemu, to wytworzy się pewne niewielkie pole magnetyczne, co oznacza, że pewne domeny będą się powiększać a inne pomniejszać, co wpływa na intensywność mierzonego szumu Barkhausena [5, 6, 7]. Krzywa gęstości strumienia magnetycznego w funkcji natężenia pola magnetycznego przedstawiona na rys. 5.4 ukazuje skokowy charakter tej zależności.



Rys. 5.4. Schemat szumu Barkhausena

Kolejną metodą nieniszczącą jest metoda ultradźwiękowa. Wykorzystuje ona fakt zmiany częstotliwości fal ultradźwiękowych przechodzących przez materiał wywołane występowaniem w materiale naprężeń. Tekstura materiału silnie wpływa na zmiany częstotliwości fal, dlatego w pomiarach praktycznie wykorzystuje się czas przejścia fali przez materiał. Z uwagi na to, że zmiany prędkości wywołane naprężeniami są niewielkie problematyczny staje się pomiar czasu przejścia impulsów (na poziomie nanosekund), w zależności od wielkości naprężeń własnych. Metoda ultradźwiękowa dokonuje największych uśrednień głębokości zalegania naprężeń, które mogą wynosić kilkadziesiąt milimetrów. Powoduje to, że metoda ma największe zastosowanie w pomiarach elementów o stosunkowo dużych rozmiarach (szyny i koła kolejowe) i nie nadaje się do pomiaru naprężeń własnych w warstwie wierzchniej [10].

5.2.2. Metody niszczące pomiarów naprężeń własnych

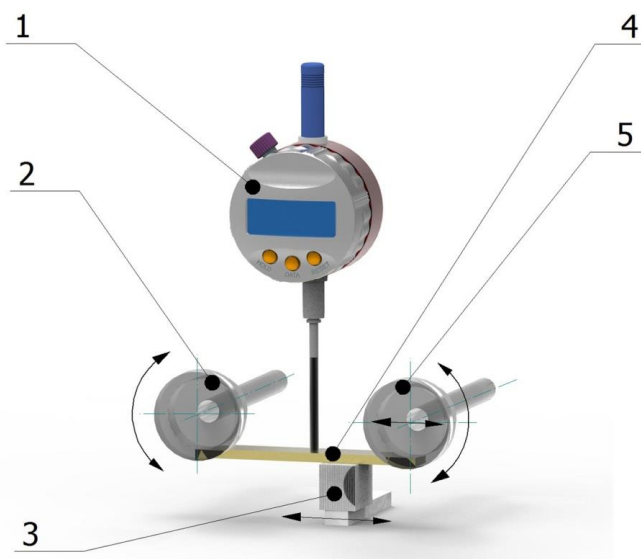
Wyznaczenie naprężeń własnych w materiale metodami niszczącymi wiąże się z nieodwracalnymi zmianami polegającymi na zniszczeniu materiału lub jego części, dlatego pomiarów dokonuje się na próbkach, a nie na gotowych elementach. Cechą wspólną wszystkich metod niszczących pomiarów naprężeń własnych jest pomiar odkształcenia próbek i wyznaczanie na tej podstawie charakteru i wartości naprężeń.

Jedną z popularnych metod jest metoda wiercenia lub frezowania otworu. Pomiar naprężeń następuje w sposób pośredni za pomocą rozet tensometrycznych naklejanych w miejscu wyznaczania naprężeń. W miejscu naklejenia rozety mocuje się specjalny przyrząd w celu osiowego wiercenia otworów. Po usunięciu części materiału metodą wiercenia, w którym znajdowały się naprężenia własne, dokonuje się pomiaru odkształceń za pomocą rozety. Zmiana rezystancji drutu oporowego zastosowanej rozety pozwala określić wartości i kierunki działania naprężeń własnych. Założeniem tej techniki jest niezmienność naprężeń wraz z głębokością otworu. Metoda jest uniwersalna ze względu na możliwość stosowania w laboratoriach oraz na liniach produkcyjnych. Elementy, w których dokonuje się pomiaru naprężeń własnych, mogą być wykonane z różnych materiałów oraz mieć zróżnicowany kształt i rozmiar. Mimo, że metoda zaliczana jest do grupy niszczących, z uwagi na usunięcie części materiału, to w niektórych przypadkach wykonanie niewielkiego otworu na stosunkowo niedużą głębokość nie narusza integralności strukturalnej przedmiotu i może być on wykorzystany zgodnie z przeznaczeniem. Odmianą tej metody jest metoda trepanacyjna pole-

gająca na usunięciu materiału za pomocą wiertła rurowego w kształcie pierścienia w celu pozyskania rdzenia z przedmiotu, w którym zalegają naprężenia własne.

Innymi metodami należącymi do grupy metod niszczących są metody polegające na usunięciu naprężonych warstw metodą trawienia chemicznego i elektrochemicznego. Usuwanie naprężonych warstw powinno być na tyle "delikatne" aby nie wprowadzać dodatkowych naprężeń pochodzących od sposobu w jakim te warstwy się usuwa.

Na rys. 5.5 przedstawiono schemat stanowiska do pomiaru naprężeń własnych próbek płaskich. Badaną próbkę 4 mocuje się w uchwytach 2 i 5, a następnie poddaje trawieniu chemicznemu w celu usuwania kolejnych warstw materiału. W czasie trawienia następuje zmiana krzywizny próbki, dlatego uchwyt 2 umożliwia przemieszczenie kątowe, a uchwyt 5 – przemieszczenie kątowe i liniowe. W charakterze medium trawiącego stosuje się roztwory kwasów w zależności od materiału badanego. W celu zachowania stałej prędkości trawienia stosuje się specjalną szczotkę 3, która przemieszczając się wzdłuż trawionej powierzchni, usuwa produkty trawienia oraz powoduje mieszanie roztworu trawiącego.



Rys. 5.5. Schemat stanowiska do pomiaru naprężeń własnych próbek płaskich: 1 – czujnik, 2 – uchwyt obrotowy, 3 – szczotka, 4 – badana próbka, 5 – uchwyt obrotowo-przesuwalny

Wartości odkształceń badanej wyznacza się za pomocą czujnika 1, i na tej podstawie z zależności opracowanej przez Davidenkova wyznacza się wartości naprężeń własnych:

$$\sigma_a = \frac{4E}{3L_o^2} \left[(h-a)^2 \frac{df}{da} - 4(h-a)f(a) + 2 \int_0^a f(\xi) d\xi \right], \text{ MPa}, \quad (5.1)$$

gdzie:

L_o – odległość między podporami, mm,

h – grubość badanej próbki, mm,

a – grubość zdjętej warstwy, mm,

E – moduł Younga badanego materiału, MPa,

$f(a)$ – strzałka ugięcia próbki, mm,

$\frac{df}{da}$ – pochodna krzywizny względem grubości próbki.

Grubość usuniętej warstwy a podczas procesu trawienia określa się wzorem:

$$a = \frac{m-m_1}{Lb\rho}, \quad (5.2)$$

gdzie:

m – masa próbki przed trawieniem, g,

m_1 – masa próbki po trawieniu, g,

L – długość próbki, mm,

b – szerokość próbki, mm,

ρ – masa właściwa badanego materiału, $\frac{\text{g}}{\text{mm}^3}$.

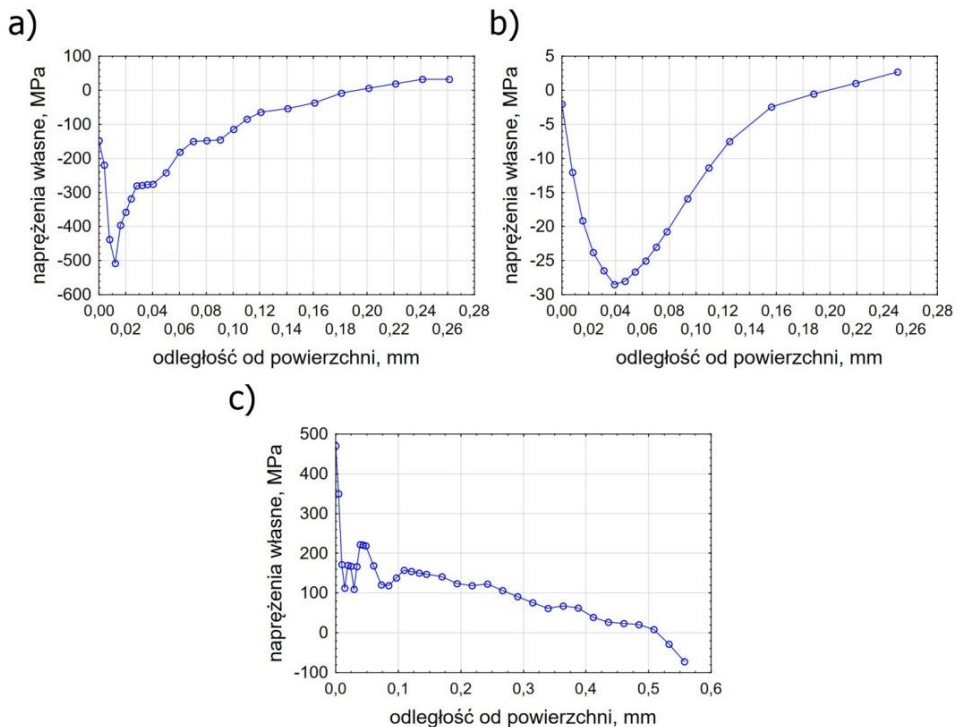
W celu wyznaczenia naprężeń dla każdej z poszczególnych warstw należy obliczyć prędkość trawienia v_{tr} jako iloraz grubości zdjętej warstwy a oraz czasu trawienia t_{tr} :

$$v_{tr} = \frac{a}{t_{tr}}. \quad (5.3)$$

Pozwala to na wyznaczenie grubość i -tej warstwy:

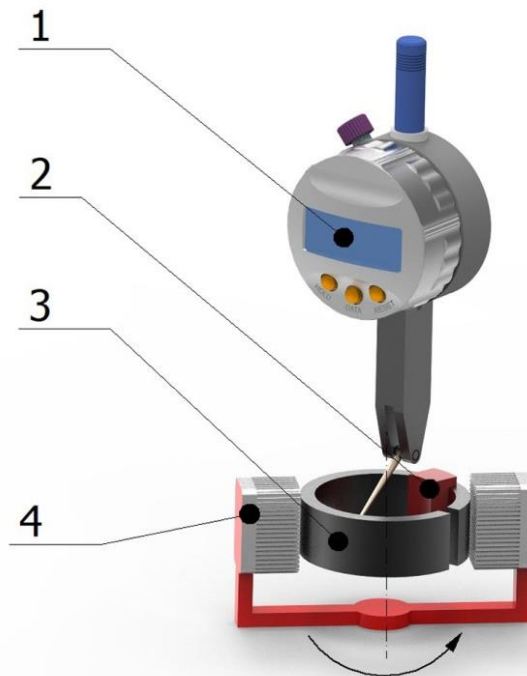
$$a_i = v_{tr} t_{tr}. \quad (5.4)$$

Przykładowe rozkłady naprężeń własnych po różnych metodach obróbki przedstawiono na rys. 5.6. Oprócz charakteru naprężeń (ściskające, rozciągające) oraz ich wartości maksymalnych istotną informacją jest też głębokość zalegania.



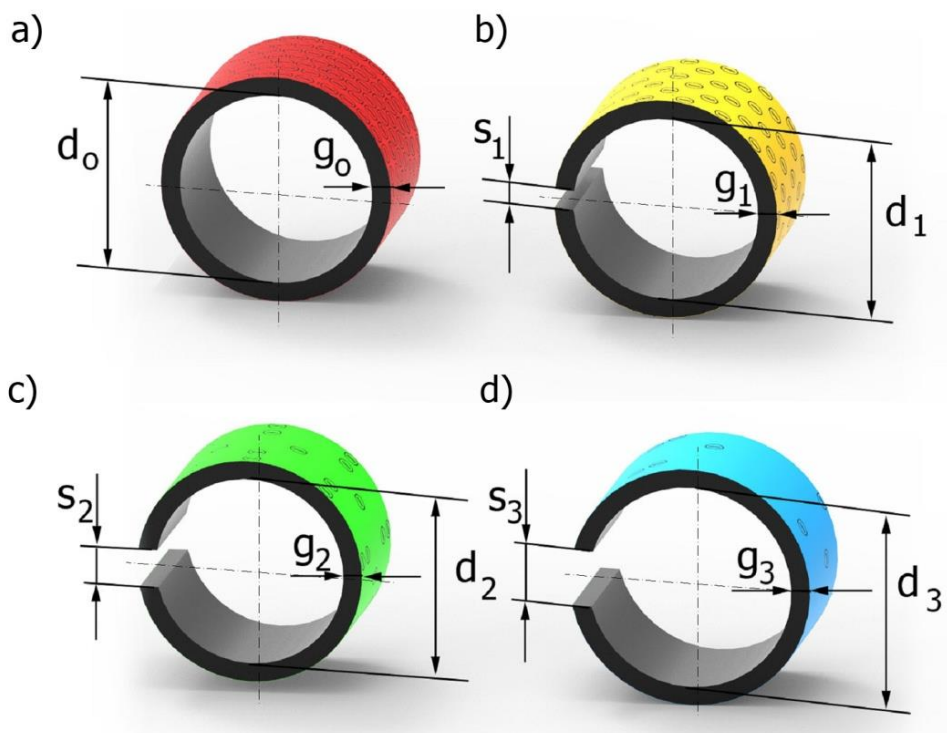
Rys. 5.6. Przykładowy rozkład naprężeń własnych w funkcji odległości od powierzchni: a) nagniatanie wibracyjne: parametry – amplituda 60 mm; częstotliwość 7 Hz; czas 10 min; średnica kulek 7 mm; b) szczotkowanie: parametry – szczotka stalowa o średnicy 120 mm, prędkość obrotowa 3359 obr/min, prędkość posuwu 370 mm/min, dosuw 3 mm; c) szlifowanie: parametry – $v_s = 47,1 \text{ m/s}$; $f = 7 \text{ m/min}$; $a_p = 0,03 \text{ mm}$

Naprężenia własne metodą usuwania kolejnych warstw można wyznaczać także w próbkach cylindrycznych. Schemat stanowiska przedstawiono na rys. 5.7. Aby możliwy był pomiar odkształceń w trakcie procesu trawienia próbkę 3 rozcina się, co prowadzi do częściowej relaksacji naprężeń. Następnie próbkę mocuje się w specjalnym uchwycie 2. Dwie szczotki 4 ustawione przeciwległe wykonują ruch obrotowy usuwając produkty trawienia. Za pomocą czujnika dźwigniowego 1 dokonuje się pomiaru średnicy wewnętrznej próbki. W innej odmianie możliwy jest pomiar szerokości szczeliny, która zmienia się wraz z usuwaniem naprężonych warstw.



Rys. 5.7. Schemat stanowiska do pomiaru naprężeń własnych próbek cylindrycznych: 1 – czujnik, 2 – uchwyt, 3 – próbka, 4 – szczotki

Poszczególne etapy trawienia w próbce cylindrycznej, w której w zewnętrznej warstwie zalegają naprężenia ściskające pokazano na rys. 5.8. W stanie wyjściowym próbka ma określoną średnicę wewnętrzną d_o oraz grubość ścianki g_o (rys. 5.8a). Przed przystąpieniem do trawienia próbkę rozcina się, co prowadzi do powstania szczeliny s_1 . Jeśli w warstwie wierzchniej zalegały naprężenia ściskające próbka zmniejsza swoją średnicę $d_1 < d_o$ (rys. 5.8b). Na tym etapie $g_o = g_1$. Usunięcie części warstwy wierzchniej, w której zalegają naprężenia sprawia, że naprężenia w pierścieniu zostają niezbilansowane, a to powoduje jego odkształcenie (rys. 5.8c) w kierunku zwiększenia się średnicy $d_2 > d_1$ oraz $s_2 > s_1$. Z uwagi na usuwanie zewnętrznych warstw grubość próbki zmniejsza się $g_2 < g_1$. Kolejne usuwanie warstw powoduje dalsze rozchylanie pierścienia $d_3 > d_2$ oraz $s_3 > s_2$ (rys. 5.8d). Po usunięciu wszystkich warstw, w których zalegają naprężenia własne w materiale ustala się stan równowagi, a dalsze usuwanie warstw nie prowadzi do zmian średnicy czy wielkości szczeliny. Znając wymiary pierścienia można obliczyć naprężenia własne na poszczególnych głębokościach.



Rys. 5.8. Poszczególne etapy usuwania naprężonych warstw w próbce pierścieniowej (opis w tekście)

We wszystkich metodach niszczących wyznaczenie naprężeń własnych odbywa się sposób pośredni, poprzez pomiar odkształcenia próbek. Natomiast przeliczenie odkształceń na wartości naprężeń wymaga zastosowania określonego dla danej metody modelu matematycznego, który zakłada pewne uproszczenia. Dlatego dokładność metody zależy nie tylko od dokładności pomiaru odkształcenia oraz grubości zdjętej warstwy, ale także od dokładności przybliżenia stanu rzeczywistego za pomocą modelu matematycznego.

Metody polegające na usuwaniu kolejnych warstw i pomiarze odkształcenia znajdują swoje zastosowanie w przypadkach, gdy grubość warstwy, w której zalegają naprężenia, jest wielokrotnie mniejsza od grubości próbki, a także, gdy naprężenia w tej warstwie są wystarczające, by doprowadzić do ugięcia próbki. Natomiast jeśli naprężenia zalegają w całej grubości próbki to podczas zdejmowania kolejnych "naprężonych" warstw może nie dochodzić do widocznego odkształcenia próbki, świadczącego o występowaniu naprężeń.

Literatura

1. Adamski M.: *Naprężenia własne. Przykłady pomiarów ultradźwiękowych.*, Wyd. Gamma Warszawa 1999.
2. Burakowski T., Wierzchoń T.: *Inżynieria powierzchni metali.* WN-T Warszawa 1995.
3. Jachimowicz M.: *Metody pomiaru naprężeń szczątkowych.* Przegląd Mechaniczny, 2004, nr 7-8, s. 56.
4. Kaczmarek J.: *Podstawy obróbki wiórowej, ścierniej i erozyjnej.* WN-T Warszawa 1970.
5. Kownacki C., Błachnio J.: *Ocena zmian naprężeń własnych w funkcji głębokości warstwy wierzchniej z wykorzystaniem transformaty falkowej sygnału efektu Barkhausena,* Zagadnienia Eksploatacji Maszyn, 2004, z. 3, s. 163-174.
6. Mandal K., Kramer T., Alheron D. L.: *The study of a racetrack-shaped defect in ferromagnetic steel by magnetic Barkhausen noise and flux leakage measurements.* Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2000, 212, s. 231-239.
7. Pikosz H.: *Ocena stanu warstwy wierzchniej elementów ze stali łożyskowej z wykorzystaniem szumu Barkhausena.* Tribologia, 2007, 3, s. 121-131.
8. Przybylski W.: *Technologia obróbki nagniataniem.* WN-T Warszawa, 1987.
9. Senczyk D.: *Naprężenia własne. Wstęp do generowania, sterowania i wykorzystania.* Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej. Poznań 1996.
10. Szelażek J.: *Problemy ultradźwiękowych pomiarów naprężeń.* Przegląd Mechaniczny, 1995, nr 19, s. 5.

6. ANIHILACJA POZYTONÓW W BADANIACH WARSTWY WIERZCHNIEJ

6.1. Pozyton i anihilacja

Pozyton (e^+) jest jedną z najbardziej rozpowszechnionych w naszym otoczeniu cząstek antymaterii. Jest to antycząstka elektronu (zwana również „antyelektronem”). Oznacza to, że jej własności są identyczne co do wartości jak elektronu (np. masa, spin), ale w przypadku ładunku elektrycznego różnią się znakiem, który jest dodatni, a nie ujemny. Podstawowe reakcje prowadzące do utworzenia pozytonu to:

- kreacja pary elektron-pozyton w wyniku oddziaływania wysokoenergetycznego promieniowania elektromagnetycznego (γ) z materią,
- rozpad pewnych cząstek elementarnych (np. mionu dodatniego),
- rozpad β^+ jąder atomowych.

Ta ostatnia reakcja jest najczęściej wykorzystywana do uzyskania pozytonów na potrzeby badań materiałowych.

Charakterystyczne dla antymaterii jest (odwrotne do wspomnianej kreacji) zjawisko **anihilacji**, które zachodzi w przypadku spotkania pozytonu i elektronu. Anihilacja polega na zamianie całej masy obu cząstek (oraz ich energii kinetycznej) w energię fotonów promieniowania elektromagnetycznego, przy czym najbardziej prawdopodobne (99,8%) jest utworzenie dwóch fotonów. Bilans energetyczny anihilacji dwufotonowej można zapisać

$$2m_e c^2 + E_+ + E_- = 2h\nu, \quad (6.1)$$

gdzie:

$2h\nu$ – energia powstających fotonów,

$m_e = 9,109 \times 10^{-31}$ kg – masa spoczynkowa elektronu i pozytonu,

$c = 299\,792$ km/s – prędkość światła,

E_+ i E_- – odpowiednio energia kinetyczna pozytonu i elektronu.

Aby anihilacja pary elektron-pozyton była możliwa muszą być spełnione prawa zachowania energii i pędu. W przypadku anihilacji dwufotonowej można je zapisać:

$$k_1 c + k_2 c = 2mc^2, \quad (6.2)$$

$$\vec{k}_1 + \vec{k}_2 = \vec{p}, \quad (6.3)$$

gdzie:

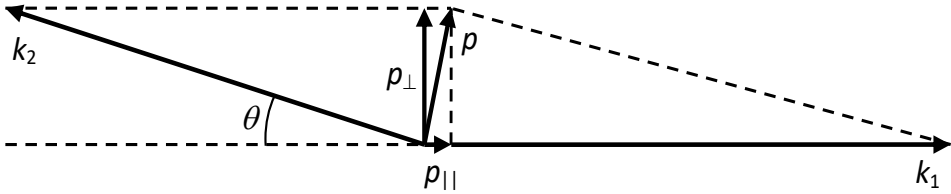
k_1, k_2 – pędy fotonów,

p – wypadkowy pęd pary elektron-pozyton,

m – relatywistyczna masa anihilujących cząstek.

6.1.1. Pęd anihilującej pary elektron-pozyton

Na podstawie równań (6.2) i (6.3) można stwierdzić, że jeżeli podczas anihilacji dwufotonowej para elektron-pozyton spoczywa względem laboratoryjnego układu odniesienia ($p = 0$), obydwa fotony promieniowania anihilacyjnego mają równą sobie energię $m_e c^2 = 511 \text{ keV}$, a ich pędy mają ten sam kierunek i przeciwny zwrot ($\theta = 0$ na Rys. 6.1).



Rys. 6.1. Rozkładu pędów fotonów podczas anihilacji dwufotonowej pary elektron-pozyton

Gdy $p \neq 0$ kierunki pędów fotonów odchylają się od linii prostej ($\theta > 0$), a ich energia jest różna od 511 keV. Kąt odchylenia kierunków pędów fotonów od linii prostej wynosi

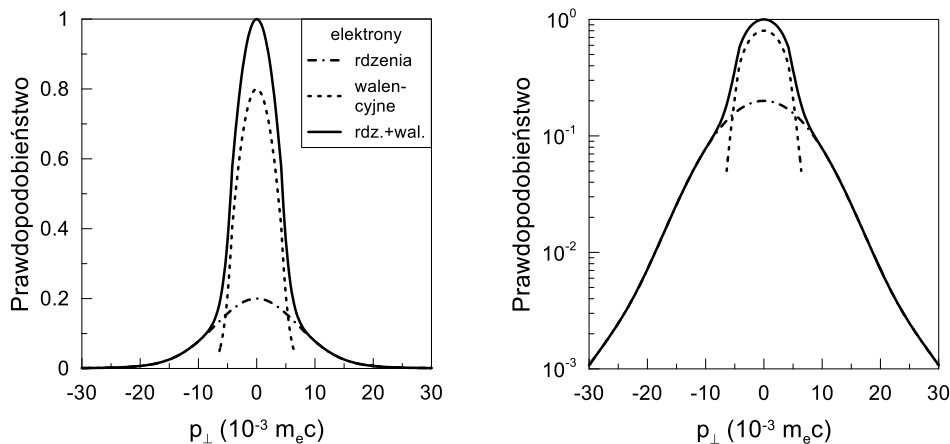
$$\theta \approx \arcsin \frac{p_{\perp}}{m_e c}. \quad (6.4)$$

Dla niewielkich kątów o jakie odchylają się fotony anihilacyjne (do kilkudziesięciu mrad) z dobrym przybliżeniem można przyjąć, że kąt w mrad odpowiada pędowi w jednostkach $10^{-3} m_e c$ ($2,73 \times 10^{-25} \text{ kg m/s}$), które są powszechnie przyjęte do przedstawiania rozkładu gęstości pędów.

Z kolei zmiana energii fotonów w wyniku efektu Dopplera wiąże się z pędem anihilującej pary zależnością

$$\Delta E_\gamma = \frac{P_{\parallel}c}{2}. \quad (6.5)$$

Zarówno w doświadczeniu polegającym na pomiarze kąta odchylenia, jak i przesunięcia dopplerowskiego energii obserwowany jest jedynie rzut p_{\perp} lub p_{\parallel} pędu, który może przyjmować dowolny kierunek względem kierunku ruchu fotonów. Dlatego obserwowany jest ciągły rozkład wartości w zakresie od 0 do p . W rzeczywistych materiałach nie jest obserwowana pojedyncza wartość pędu anihilującej pary, lecz wiele wartości p , które same przyjmują ciągłe rozkłady. Jednym z najprostszych przybliżeń jest podział na anihilację pozytonów z wysokopędowymi elektronami rdzenia atomowego i elektronami walencyjnymi (prawie swobodnymi w metalach). Rozkłady pędów tych dwu grup różnią się nie tylko szerokością, ale mają również nieco inny kształt (rys. 6.2). Wąska (niskopędowa) składowa pochodząca od elektronów walencyjnych może być dosyć dobrze przybliżona odwróconą parabolą, podczas gdy szeroka pochodząca od elektronów rdzenia – krzywą Gaussa. Ich szerokości, kształty oraz wzajemny stosunek będą zmieniać się z zależności od materiału, w którym anihilują pozytony.



Rys. 6.2. Zależność prawdopodobieństwa anihilacji pozytonu (P) od rzutu pędu przedstawione w skali liniowej i logarymicznej

6.1.2. Średni czas życia pozytonu

Ponieważ prawdopodobieństwo anihilacji nie jest nieskończenie duże, gdy pozyton znajdzie się w sąsiedztwie elektronu, ich anihilacja nie następuje natychmiastowo, lecz jej zainicjowanie wymaga pewnego czasu. Jest to proces o charakterze statystycznym, podobny do promieniotwórczego rozpadu jąder atomowych. Oznacza to, że istnieje pewne stałe prawdopodobieństwo anihilacji (λ) w jednostce czasu, które nazywane jest **szybkością** anihilacji. Zatem zależność prawdopodobieństwa anihilacji pozytonu (P) od czasu opisana jest funkcją zaniku eksponencjalnego

$$P(t) = \exp(-\lambda t). \quad (6.6)$$

Szybkość anihilacji może zostać wyznaczona z formuły

$$\lambda = \sigma v_+ n_e, \quad (6.7)$$

gdzie:

σ – przekrój czynny na anihilację (prawdopodobieństwo zdefiniowane jako pole powierzchni hipotetycznej „tarczy”, w którą musi trafić pozyton aby doszło do anihilacji),

v_+ – prędkość pozytonu,

n_e – prawdopodobieństwo znalezienia elektronu w miejscu pozytonu (gęstość elektronowa w miejscu anihilacji).

W granicy nierelatywistycznej przekrój czynny na anihilację dwufotonową wynosi

$$\sigma = \frac{\pi r_e^2 c}{v_+}, \quad (6.8)$$

gdzie:

$r_e = 2,8 \cdot 10^{-15} \text{ m}$ – klasyczny promień elektronu.

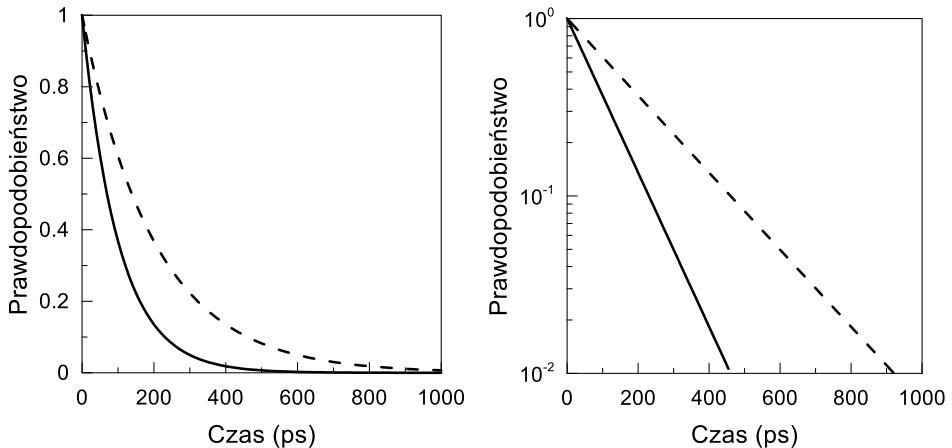
W efekcie szybkość anihilacji dwufotonowej przybiera postać, której jedynym parametrem zależnym od materiału, w którym zachodzi anihilacja, jest gęstość elektronowa

$$\lambda = \pi r_e^2 c n_e. \quad (6.9)$$

W praktyce na podstawie otrzymywanej w wyniku pomiaru zależności (6) określana jest odwrotność szybkości anihilacji nazywana średnim czasem życia pozytonów

$$\tau \approx \frac{1}{\lambda} \sim \frac{1}{n_e}. \quad (6.10)$$

Z otrzymanej zależności wynika, że im mniejsza jest średnia gęstość elektronowa materiału (zależna głównie od jego gęstości i składu pierwiastkowego), tym większy jest średni czas życia pozytonów w tym materiale.



Rys. 6.3. Zależności prawdopodobieństwa anihilacji pozytonu (P) od czasu dla średniego czasu życia 100 ps (linia ciągła) i 200 ps (linia przerywana) przedstawione w skali liniowej i logarytmicznej

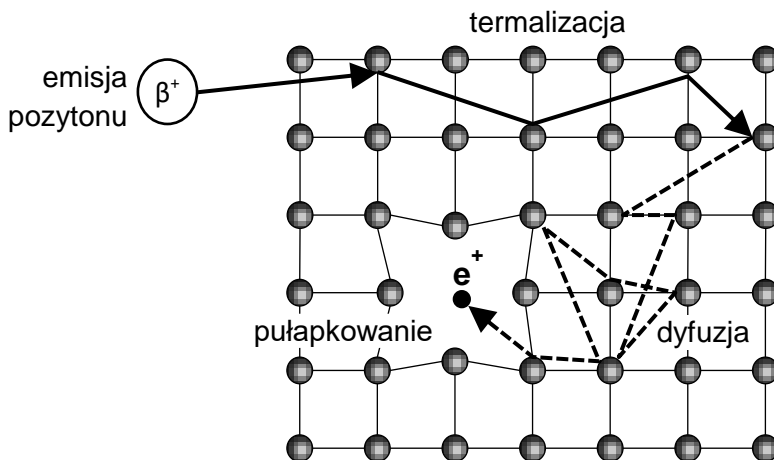
UWAGA: Średni czas życia nie oznacza czasu między powstaniem pozytonu a jego anihilacją i nie da się go określić na podstawie pojedynczej anihilacji. Jest to parametr określający nachylenie krzywej (rys. 6.3), której przebieg można określić dopiero na podstawie zarejestrowania znacznej liczby zdarzeń anihilacji. W typowych metalach i stopach obserwowany jest średni czas życia pozytonów rzędu 10⁻¹⁰ s, czyli setek pikosekund (ps).

Zależność (6.10) jest najprostszym przybliżeniem problemu anihilacji pozytonu. Uwzględnia ona jedynie rodzaj ośrodka, w którym następuje anihilacja.

Sprawdza się to jedynie dla idealnej struktury atomowej, która może być uśredniona w wyniku ruchliwości swobodnie poruszającego się w niej pozytonu. Jednak to uproszczenie nie bierze pod uwagę niejednorodności materiału oraz jego zaburzeń (np. defektów sieci krystalicznej). Tymczasem, właśnie wrażliwość pozytonów na niejednorodności ośrodka stanowi o jego przydatności w badaniach materiałów. Zarówno gęstość elektronowa materiału, jak i pędy elektronów zazwyczaj dotyczą w znacznym stopniu otoczenia centrów pułapkujących pozytony (tj. lokalizujących je w określonym, niewielkim obszarze materiału).

6.1.3. Termalizacja pozytonów

Aby doszło do pułpkowania pozytonów, ich energia musi być porównywalna z energią otoczenia. Tymczasem, niezależnie od sposobu wytwarzania pozytonów, niemal zawsze mają one początkowo znaczną energię kinetyczną, np. rzędu kilkuset kiloelektronowoltów (keV) w przypadku rozpadu β^+ . Już przy energii 100 keV pozytony poruszają się z szybkością równą ok. 160 tys. km/s, czyli ponad 50% szybkości światła. Jednak będąc cząstkami naładowanymi oddziałują one z elektronami ośrodka, w którym się znajdują i bardzo szybko tracą energię na skutek zderzeń, które skutkują najpierw jonizacją, a potem wzbudzeniem atomów ośrodka. Dopiero gdy ich energia zmniejszy się kilkaset tysięcy razy i jest mniejsza od energii wzbudzeń atomowych pozytony zaczynają poruszać się po ośrodku ruchem dyfuzyjnym osiągając równowagę termiczną z otoczeniem (w temperaturze pokojowej ich energia wynosi zaledwie 0,025 eV). Dlatego też proces ten nazywany jest **termalizacją** pozytonów. Typowa droga dyfuzji pozytonu w metalach to 0,1 μm . Jeżeli podczas ruchu dyfuzyjnego pozyton napotka centrum pułapkujące (np. defekt materiału), zostaje on w nim uwięziony aż do czasu anihilacji (rys. 6.4). Jednak, gdy koncentracja defektów jest niewielka, część pozytonów nie natrafia na nie i anihiluje ze średnim czasem anihilacji wynikającym ze wzoru (6.10).

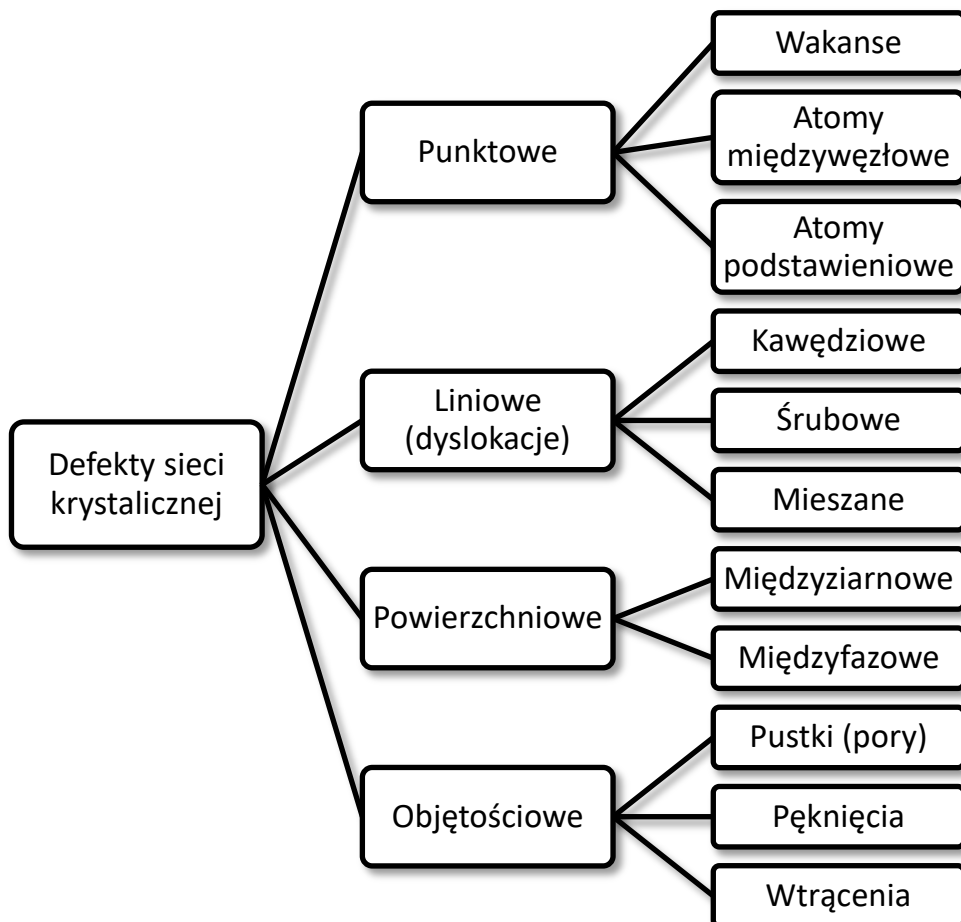


Rys. 6.4. Schemat ruchu wysokoenergetycznego pozytonu w materii

Dopiero dla stermalizowanych pozytonów, których energia jest zbyt mała aby wywołać jonizację lub wzbudzenia, znacznie mniej prawdopodobny proces jakim jest anihilacja staje się istotny. Zatem z dobrym przybliżeniem można przyjąć, że anihilacji ulegają pozytony o energii termicznej, a zatem kilkaset razy mniejszej niż energia elektronów (np. pozyton o energii termicznej 0,025 eV anihiluje z elektronem walencyjnym żelaza o energii 7,9 eV). Wynika stąd, że obserwowany pęd pary elektron-pozyton jest w zasadzie pędem elektronu ośrodka. Z kolei na wyniki pomiaru średnich czasów życia (τ) wpływa czas termalizacji, którego statystyczne wahania muszą być znacznie mniejsze od τ , aby uzyskany wynik był wiarygodny. Nawet przy najkrótszych τ rzędu kilkadziesiąt ps obserwowanych w metalach jest to zapewnione w temperaturze pokojowej, dla której czas termalizacji sięga zaledwie 10 ps [6]. Innym faktem, istotnym dla zastosowania do badań materiałowych, jest utrata w wyniku termalizacji informacji o historii pozytonu (np. jego początkowej energii i kierunku, z którego przybył). Dla jednorodnego materiału pozwala to uzyskać informację niezależną od rodzaju i umiejscowienia źródła pozytonów (np. uśrednioną po wszystkich orientacjach kryształu).

6.2. Defekty sieci krystalicznej

Defekty sieci krystalicznej można podzielić na kilka rodzajów ze względu na ich wymiarowość, rozmiary i otoczenie atomowe (rys. 6.5).

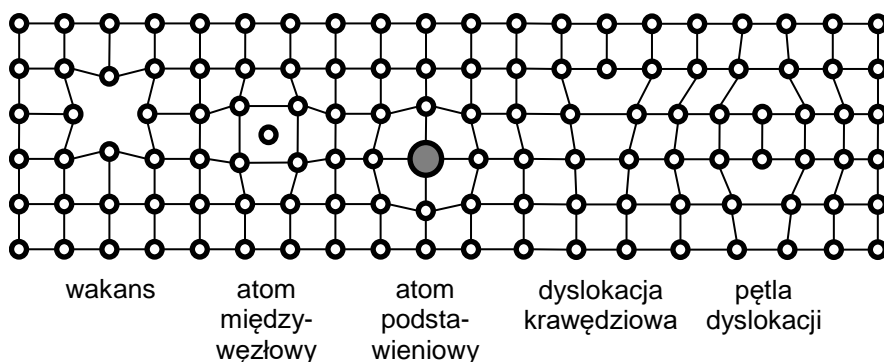


Rys. 6.5. Podział defektów struktury krystalicznej

6.2.1. Defekty punktowe

Defekty punktowe (zerowymiarowe) występują tylko w punkcie sieci lub wokół niego, ale nie rozciągają się w przestrzeni w żadnym wymiarze. Nie ma jasno sprecyzowanego ograniczenia maksymalnego rozmiaru defektów punktowych, jednak defekty te zazwyczaj obejmują co najwyżej kilka dodatkowych lub brakujących atomów. Są one wówczas często określane jako klastry defektów danego typu. Większe defekty w uporządkowanej strukturze zwykle są uważane za defekty więcej wymiarowe (np. pętle dyslokacji). Najprostsze defekty punktowe to **wakanse** (luki), czyli miejsca w sieci krystalicznej, w których brakuje węzła (zazwyczaj atomu). Ich obecność skutkuje deformacją sieci krystalicznej

polegającą na przesunięciu węzłów w kierunku defektu (rys. 6.6). Przeciwnościem wakansu jest atom międzywęzłowy, czyli dodatkowy atom w krysztale, który zajmuje miejsce poza siecią krystaliczną. Może być to zarówno atom tego samego typu co atomy w węzłach, jak i atom domieszki. Zazwyczaj powoduje to odsunięcie węzłów od defektu. Natomiast obecność atomu domieszki w pozycji węzła sieci nazywana jest atomem podstawieniowym. Zależnie od rodzaju atomu domieszki i atomów w węzłach następuje przesunięcie węzłów do defektu lub od niego. Istnieje możliwość dyfuzji defektów punktowych polegająca na przemieszczaniu się związanych z nimi atomów. Najłatwiej dyfundują atomy międzywęzłowe a najtrudniej – atomy domieszki.



Rys. 6.6. Przykładowe defekty struktury krystalicznej

6.2.2. Defekty liniowe

Dyslokacje są defektami liniowymi (jednowymiarowymi) polegającymi na niedopasowaniu atomów sieci krystalicznej wzdłuż pewnej linii w krysztale. Dwa podstawowe typy tego defektu to dyslokacja krawędziowa i śrubowa. Dyslokacja krawędziowa jest spowodowana zakończeniem płaszczyzny atomowej we wnętrzu krysztalu (rys. 6.6). Krawędź urwanej płaszczyzny atomowej we wnętrzu krysztalu nazywamy linią dyslokacji. Płaszczyzny atomowe poza linią dyslokacji nie są proste, lecz wyginają się tak, aby powrócić do idealnego uporządkowania krysztalu. Często podawaną analogią dyslokacji krawędziowej jest stos papieru, w który włożona jest mniejsza kartka. Defekt w stosie jest widoczny tylko na krawędzi mniejszej kartki. W dyslokacji śrubowej płaszczyzny atomowe układają się wokół linii dyslokacji (osi śruby) w taki sposób jak gwint śruby (np. w sławnym projekcie maszyny latającej Leonardo da Vinci). Można również porównać je do schodów kręconych w sytuacji gdyby każdy następny schodek połączony był z poprzednim płaszczyzną. W rzeczywistości rzadko

obserwuje się czyste dyslokacje krawędziowe lub śrubowe. Zazwyczaj spotykane są pętle dyslokacji, których część ma charakter krawędziowy, część śrubowy, ale większość – charakter mieszany. Obecność każdego rodzaju dyslokacji powoduje zniekształcenie sieci krystalicznej. Kierunek i wielkość tego zniekształcenia wyrażana jest za pomocą wektora Burgersa. W przypadku dyslokacji krawędziowej wektor ten jest prostopadły do linii dyslokacji, a w przypadku dyslokacji śrubowej – równoległy. Wektor Burgersa określa najmniejszy schodek jaki pojawiłby się na powierzchni kryształu w miejscu dyslokacji.

Dyslokacja może się poruszać, jeżeli atomy w jednej z otaczających je płaszczyzn przerwą wiązania i połączą się z atomami na krawędzi urwanej płaszczyzny w linii dyslokacji. Skok o jaki może się przesunąć dyslokacja określa wektor Burgersa. Płaszczyzny i kierunki krystalograficzne przemieszczania się dyslokacji nie są dowolne, lecz najczęściej są to płaszczyzny i kierunki najgęstszego upakowania. Znaczący wpływ na przemieszczanie się dyslokacji mają naprężenia wywołane przez obciążenia zewnętrzne. W efekcie obserwowane jest plastyczne odkształcenie materiału. Właśnie istnienie dyslokacji oraz ich zdolność do łatwego przemieszczania się powoduje, że wytrzymałości mechaniczne rzeczywistych materiałów są ponad tysiąc razy mniejsze od obliczonych dla idealnego niezdefektowanego materiału. Efektem, który przeciwdziała obniżeniu wytrzymałości mechanicznej spowodowanej przez dyslokacje jest ich blokowanie na defektach innego rodzaju, np. defektach punktowych.

6.2.3. Defekty powierzchniowe

Powszechnie występującym typem defektów powierzchniowych (dwuwymiarowych) jest granica ziaren, czyli wąska strefa o chaotycznym układzie atomów między rejonami o wysokim uporządkowaniu (ziarnami). Granice ziaren występują w miejscach gwałtownej zmiany kierunku krystalograficznego sieci. Może być to efektem spotkania dwu oddzielnie rosnących kryształów. Rozróżniamy granicę szerokokątową, gdy kąt między dwoma sąsiednimi kierunkami krystalograficznymi jest większy od 15° , oraz wąskokątową w przeciwnym wypadku. Nieco zbliżony charakter ma granica międzyfazowa, czyli płaszczyzna graniczna między fazami o różnej strukturze krystalograficznej (np. typie sieci krystalograficznej jak w martenzytcie i austenicie). W zależności od tego czy na granicy międzyfazowej wspólne dla obu faz są wszystkie atomy, część z nich, czy ich położenia nie odpowiadają żadnej z faz granicę nazywamy odpowiednio koherentną, półkoherentną lub niekoherentną. Specyficznym rodzajem koherentnej granicy, która występuje między tymi samymi fazami, ale o innej orien-

tacji sieci krystalograficznej, są bliźniaki. Powstają one często w wyniku wystąpienia naprężeń ścinających i są drugim co do wagi mechanizmem deformacji plastycznej.

6.2.4. Defekty objętościowe

Defekty objętościowe są to trójwymiarowe struktury o dużych, w porównaniu ze stałą sieci kryształu, rozmiarach. Zaliczamy do nich pory, pęknięcia i wtrącenia. Pory to puste rejony materiału, które można uważać za skupiska wakansów. Pęknięcia są efektem rozerwania materiału, co determinuje ich wydłużony kształt i towarzyszące im zniekształcenie sieci w postaci defektów liniowych i powierzchniowych. Wtrącenia są rejonami zawierającymi inne atomy analogiczne do atomów podstawieniowych jak pory są w stosunku do wakansów.

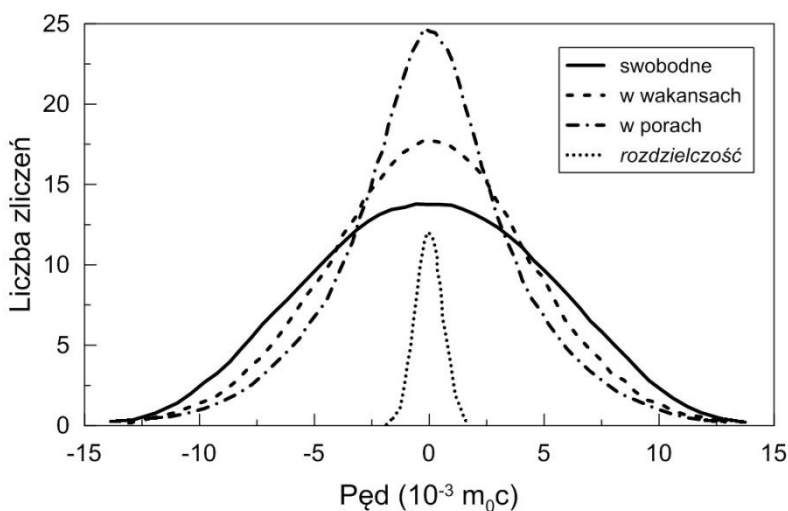
6.3. Pozyton jako próbnik materii

Pierwsze eksperymenty z pozytonami w latach 1940-1950 poświęcone były badaniu struktury elektronowej, np. powierzchni Fermiego, w metalach i stopach. Wykorzystywana do tego była technika korelacji kątowych promieniowania anihilacyjnego (ang. angular correlation of annihilation radiation, ACAR). W ciągu dwóch dekad po 1945 r. nastąpił dalszy rozwój technik bazujących na anihilacji pozytonów, który był możliwy dzięki rozwojowi metod eksperymentalnych (spektroskopii czasów życia pozytonów, poszerzenia dopplerowskiego itp. opisanych w następnym rozdziale) w oparciu o sprzęt spektroskopii jądrowej. Dopiero pod koniec lat sześćdziesiątych XX w. stwierdzono, że parametry anihilacji są wrażliwe na defekty sieci krystalicznej. Odkryto, że pozyton może być uwięziony (spułapkowany) w defektach kryształów, tzn. zostaje on zlokalizowany w miejscu defektu aż do anihilacji. Wkrótce badanie defektów sieci krystalicznych stało się dominującym problemem technik opartych na anihilacji pozytonów. Początkowo badania defektów w ciałach stałych prowadzone były głównie w metalach i stopach. Następnie, od połowy lat 80-tych XX w., doświadczenia uzyskane na tym polu zastosowano do półprzewodników oraz nowoczesnych materiałów o strukturze kontrolowanej z dużą precyzją.

6.3.1. Wpływ obecności defektów na anihilację pozytonów

Pułapkowanie (wychwyty) pozytonów w defektach jest spowodowane przez istnienie przyciągającego potencjału w defektach o otwartych objętościach, takich jak wakanse, skupiska wakansów i dyslokacje. Główną przyczyną wystę-

powania tego potencjału jest brak odpychającego, dodatnio naładowanego jądra atomowego w takim defekcie. Wynika stąd, że pozytony nie są pułapkowane przez wszystkie rodzaje defektów, lecz jedynie przez defekty charakteryzujące się zmniejszoną gęstością atomów, takie jak wakanse, dyslokacje, granice międzyziarnowe, pory oraz pęknięcia. Anihilacja spułpkowanego pozytonu przebiega w innych warunkach niż pozytonu swobodnego. Wpływa to zazwyczaj na parametry, którymi można scharakteryzować przebieg anihilacji, czyli pęd pary elektron-pozyton oraz średni czas życia pozytonu. Jest to podstawą badań materiałów technikami anihilacyjnymi.



Rys. 6.7. Rozkład gęstości pędów pary elektron-pozyton określony za pomocą ACAR dla molibdenu niezdefektowanego (swobodne pozytony), zawierającego jedynie niewielkie klastry wakanów lub znacznie większe pory. Linia kropkowaną oznaczono eksperymentalną zdolność rozdzielczą, która jest znacznie węższa od obserwowanych rozkładów pędów [3]

Swobodne pozytony, mimo, że są odpychane przez dodatnio naładowane jądra atomowe, mają możliwość anihilacji z elektronami praktycznie ze wszystkich powłok atomowych. W wyniku tego, znaczący wkład anihilacji z elektronami rdzenia prowadzi do szerokich rozkładów pędów w niezdefektowanych materiałach, w których wychwyty pozytonów praktycznie nie zachodzi (rys. 6.7). Natomiast pozytony uwięzione w defektach mają kontakt głównie z elektronami z wyższych powłok atomowych oraz elektronami swobodnymi, które charakteryzują się znacznie mniejszymi pędami. Prowadzi to do zwężenia rozkładu, przy

czym obserwuje się często, że rozkład pędów jest tym węższy im większe defekty.

Tabela. 6.1. Teoretyczne wartości średnich czasów życia pozytonów swobodnych oraz spułapkowanych w różnych typach defektów dla żelaza, miedzi i glinu [2]

Lokalizacja pozytonów	τ [ps]		
	Fe	Cu	Al
brak (niespułapkowane)	110	113	173
Dyslokacja krawędziowa	117	114	174
Wakans	181	185	252
Wakans na linii dyslokacji krawędziowej	140	166	225

Również średnie czasy życia swobodnych i spułapkowanych pozytonów wykazują analogiczną tendencję jak pędy, przy czym ich wartości rosną z rozmiarem defektów z powodu spadku gęstości elektronowej. Należy jednak zwrócić uwagę na fakt, że oprócz rozmiarów defektu istotny jest również jego typ, z którego wynikają własności potencjału wychwytyjącego pozyton. Mimo, że dyslokacja jest z reguły znacznie większa od wakansu, średni czas życia spułapkowanego w niej pozytonu zazwyczaj różni się bardzo nieznacznie od wartości obserwowanej dla pozytonu swobodnego (tabela 6.1). Jest to niekorzystne z punktu badań własności materiałów (np. wytrzymałości), które zależą w znacznym stopniu od koncentracji dyslokacji. Znacznie większe różnice obserwuje się dla wakansów, na które metody oparte na anihilacji pozytonów są najbardziej czułe. Dlatego dalsza część tego rozdziału będzie dotyczyła głównie zastosowania pozytonów do badania koncentracji i rozmiarów wakansów. Należy przy tym zwrócić uwagę, że wakanse towarzyszą często innym defektom, takim jak dyslokacje. Pozwala to pośrednio wnioskować również na temat ich obecności w materiale. Zaskakująco średni czas życia pozytonu w wakansie na linii dyslokacji krawędziowej jest mniejszy niż w wakansie w idealnej sieci krystalicznej (tabela 6.1). Dzięki temu stosunkowo łatwo jest odróżnić go od dłuższych czasów życia w większych defektach (np. skupiskach wakansów).

Wykrywanie wakansów w metalach możliwe jest już od około jednego defektu na 10^7 atomów. Ta ogromna czułość jest spowodowana faktem, że niespułapkowany pozyton dyfunduje około 100 nm przez sieć krystaliczną i oddziałuje z dużą liczbą atomów zanim ulegnie anihilacji. Czułość metody na obecność

wakansów zależy od szybkości pułapkowania pozytonów (κ), anihilacji swobodnych pozytonów (λ_s) oraz anihilacji pozytonów spułapkowanych w defektach (λ_d). Aby określić jak anihilacja pozytonów zależy od tych parametrów należy rozważyć model wychwytu pozytonów.

6.3.2. Model wychwytu pozytonów

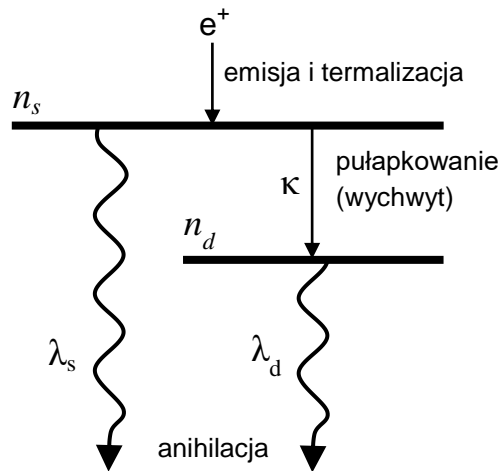
Model (rys. 6.8) zakłada, że początkowo wszystkie pozytony są stermalizowane i poruszają się swobodnym ruchem dyfuzyjnym w materiale. Ich szybkość anihilacji wynosi $\lambda_s = 1/\tau_s$. Mogą one zostać wychwyte przez defekty z szybkością

$$\kappa = \mu c, \quad (6.11)$$

gdzie:

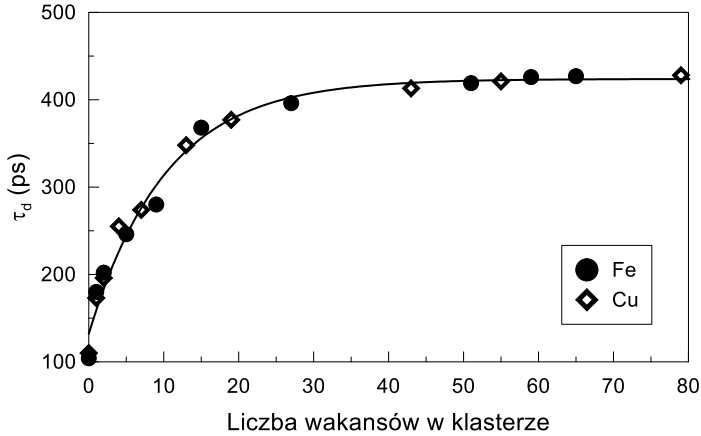
μ – współczynnik szybkości wychwytu pozytonu charakterystyczny dla danego typu defektu (np. wakansu),

c – koncentracja defektów danego typu.



Rys. 6.8. Schemat przebiegu procesów prowadzących do anihilacji pozytonów w dwustanowym modelu pułapkowania pozytonów [1]

Z równania (11) wynika, że szybkość wychwytu rośnie liniowo z koncentracją defektów, jeżeli nie zmienia się ich rodzaj.



Rys. 6.9. Średni czas życia pozytonu spułapkowanego w klasterze wakansów dla żelaza oraz miedzi [7]

Spułapkowany w defekcie pozyton anihiluje ze średnim czasem życia τ_d charakterystycznym dla rodzaju i rozmiaru defektu. Przykładowo na rys. 6.9 przedstawiono zależność τ_d od liczby wakansów (N_w) w ich skupisku (klasterze). Pokazuje ona, że τ_d zależy silnie od rozmiaru klastra dla N_w mniejszego od około 20. Dla większych klastrów τ_d osiąga nasycenie i nie można na jego podstawie określić rozmiaru skupiska wakansów. Natomiast w dalszym ciągu ze wzrostem N_w będzie się zmieniać współczynnik szybkości wychwytu pozytonu μ , a w konsekwencji szybkość wychwytu κ . Potencjalnie daje to możliwość rozpoznania obecności dużych defektów w materiale.

Według modelu wychwytu pozytonów liczba pozytonów swobodnych (n_s) maleje w czasie zarówno w wyniku anihilacji ze średnim czasem życia τ_s jak i pułapkowania w defektach z szybkością κ :

$$\frac{dn_s}{dt} = -\frac{n_s}{\tau_s} - \kappa n_s. \quad (6.12)$$

Natomiast liczba pozytonów w defektach (n_d) maleje w czasie w wyniku anihilacji ze średnim czasem życia τ_d ale równocześnie rośnie na skutek pułapkowania w defektach z szybkością κ :

$$\frac{dn_d}{dt} = -\frac{n_d}{\tau_d} + \kappa n_s. \quad (6.13)$$

Rozwiązanie układu równań (6.12) i (6.13) prowadzi do wniosku, że na widmo czasów życia pozytonów składa się suma dwóch składowych eksponencjalnych (rys. 6.3). Ich średnie czasy życia (τ_1 i τ_2) oraz względne natężenia (I_1 i I_2) wynoszą:

$$\tau_1 = \frac{\tau_s}{1+\tau_s\kappa}, \quad I_1 = \frac{\tau_d - \tau_s}{\tau_d - \tau_s + \kappa\tau_s\tau_d} \quad (6.14)$$

$$\tau_2 = \tau_d, \quad I_2 = \frac{\kappa\tau_s\tau_d}{\tau_d - \tau_s + \kappa\tau_s\tau_d}. \quad (6.15)$$

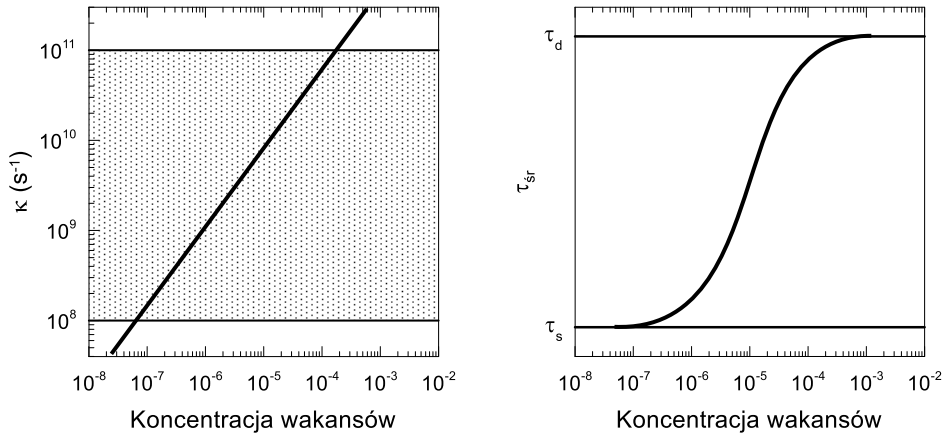
Wartość τ_1 jest zawsze mniejsza od τ_s , tym bardziej im większa jest wartość κ . Natomiast τ_2 nie zależy od κ i wynosi τ_d . Względne natężenia obydwu składowych zależą od wszystkich szybkości anihilacji i wychwytu. Gdy κ jest małe w stosunku do $\tau_d - \tau_s$, praktycznie wszystkie pozytony anihilują zanim zostaną spułapkowane i I_2 jest bliskie zeru. Natomiast w przeciwnym wypadku wszystkie pozytony ulegają wychwytowi przed anihilacją i to I_1 zmierza do zera. Należy pamiętać, że wartości natężeń dotyczą nie tylko spektroskopii czasów życia pozytonów, ale również pomiarów pędów anihilującej pary cząstek. Również rozkłady gęstości pędów będą sumą dwóch krzywych: dla pozytonów swobodnych i spułapkowanych, a zatem średnie czasy życia w obydwu tych stanach będą wpływać na kształt zmierzonych krzywych.

Na podstawie natężeń można określić zakres κ , dla którego na podstawie równań (6.11), (6.14) i (6.15) można określić koncentrację defektów, czyli zakres czułości metod anihilacyjnych. Przykładowo zakres κ wynosi 10^{11} - 10^8 s⁻¹ dla typowych średnich czasów życia pozytonów swobodnych oraz w wakansach (tabela 6.1), przy założeniu zakresu natężeń 3-97% pozwalającego na określenie parametrów obydwu składowych. Odpowiada to zakresowi koncentracji wakansów od mniej niż 10^{-7} do ponad 10^{-4} (rys. 6.10).

Czasami w przypadku obecności dwu składowych problemem może być dokładne określenie ich parametrów. Wtedy wygodniej posługiwać się uśrednioną wartością średniego czasu życia:

$$\tau_{sr} = I_1\tau_1 + I_2\tau_2 = \frac{1+\tau_d\kappa}{1+\tau_s\kappa}\tau_s, \quad (6.16)$$

Wartość τ_{sr} zmienia się od τ_s do τ_d wraz ze wzrostem κ , a tym samym koncentracji defektów (rys. 6.10).



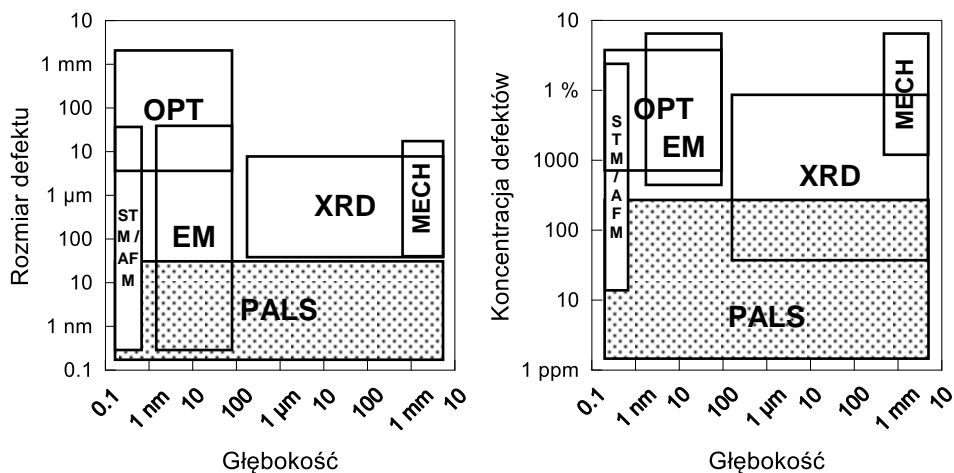
Rys. 6.10. Typowa zależność szybkości pułapkowania pozytonów (κ) w wakansach od koncentracji defektów. Zakropkowanym polem oznaczono zakres κ , dla którego można określić koncentrację defektów na podstawie badania anihilacji pozytonów (lewa).

Ogólna zależność średniego czasu życia pozytonów od koncentracji wakansów (prawa).

Opisany model przedstawia najprostszą sytuację, w której pozytony wychwytywane są jedynie przez jeden typ defektów a spułapkowany pozyton nie ma możliwości uwolnienia się z pułapki. Nazywany jest on modelem dwustanowym prostego pułapkowania. Można jednak uogólnić go na większą liczbę typów defektów, uwzględnić ucieczkę z pułapek oraz założyć rozkłady szybkości anihilacji zarówno swobodnych jak i spułapkowanych pozytonów. Taka modyfikacja modelu jest niejednokrotnie wymagana aby uzyskać jego zgodność z doświadczeniem gdy obserwuje się wiele składowych.

6.3.3. Metody pozytonowe na tle innych technik badawczych

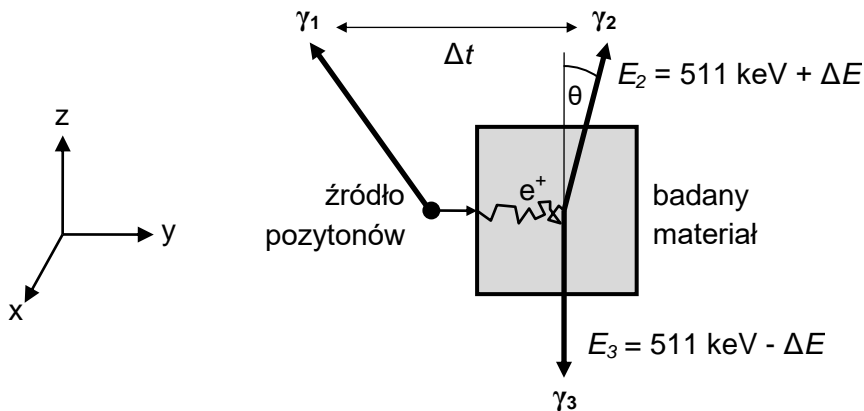
Przedstawione powyżej możliwości technik pomiarowych opartych na anihilacji pozytonów pozwalają sięgnąć obszarów niedostępnych innymi metodami badania warstwy wierzchniej (rys. 6.11). Dotyczy to przede wszystkim małych rozmiarów defektów (< 10 nm), które mogą być badane za pomocą mikroskopii elektronowej, skaningowej tunelowej lub sił atomowych jedynie jakościowo i w bezpośrednim pobliżu powierzchni materiału. Niedostępne dla innych metod są również koncentracje wakansów rzędu kilku-kilkudziesięciu ppm (części na milion). Warto podkreślić, że zastosowanie wiązek powolnych pozytonów o regulowanej energii pozwala skanować materiał w funkcji głębokości w zakresie od kilku nm do kilku μm .



Rys. 6.11. Porównanie orientacyjnych zakresów czułości spektroskopii czasów życia pozytonów (PALS), mikroskopii skaningowej tunelowej / sił atomowych (STM / AFM), mikroskopii elektro- nowej (EM), dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), mikroskopii optycznej (OPT) i metod mechanicz- nych (MECH) [5]

6.4. Techniki pomiarowe

Najbardziej intensywny rozwój anihilacyjnych metod doświadczalnych nastąpił w latach 1950–1965. Metody te opierają się głównie na rejestracji promieniowania γ , więc kluczowe znaczenie miał dla nich rozwój detektorów tego promieniowania, tj. wynalezienie detektora scyntylacyjnego (lata 50-te), półprzewodnikowego (lata 60-te) oraz półprzewodnikowego wysokiej czystości (lata 80-te). Wykorzystanie detektorów scyntylacyjnych oraz zbudowanych już wcześniej w latach 1930–1940 urządzeń elektronicznych: konwertera czasu na amplitudę oraz układu koincydencyjnego pozwoliło na rozwój techniki korelacji kątowych promieniowania anihilacyjnego oraz spektroskopii czasów życia pozytonów. Z kolei uzyskanie zdolności rozdzielczej rzędu 1,2 keV za pomocą detektora półprzewodnikowego zapoczątkowało spektroskopię poszerzenia doplerskiego.



Rys. 6.12. Zasada pomiarów wykonywanych przy użyciu technik anihilacyjnych PALS, ACAR i DBARL

Tabela 6.2. Informacja uzyskiwana dzięki rejestracji poszczególnych fotonów w podstawowych technikach anihilacyjnych

metoda	rejestrowane fotony	uzyskana informacja
ACAR	γ_2 i γ_3	$\theta_{x,y} \sim p_{x,y}$
DBARL	γ_2 lub/i γ_3	$\Delta E_\gamma \sim p_z$
PALS	γ_1 i (γ_2 lub γ_3)	$\Delta t \sim n_e$

Podstawowymi narzędziami badań anihilacyjnych, które dostarczają informacji o średnich czasach życia pozytonów i pędach anihilujących elektronów, są wymienione wyżej trzy techniki (Rys. 6.12):

- korelacje kątowe promieniowania anihilacyjnego (ang. Angular Correlation of Annihilation Radiation – ACAR),
- spektroskopia poszerzenia dopplerowskiego (ang. Doppler Broadening of Annihilation Radiation Line – DBARL).
- spektroskopia czasów życia pozytonów (ang. Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy – PALS),

Rzadziej w badaniach materiałowych wykorzystywana jest ich kombinacja:

- korelacje czas życia – pęd (ang. Age-MOMentum Correlation – AMOC),
- lub metody oparte na technikach opracowanych dla elektronów o możliwościach rozszerzonych w wyniku wykorzystania pozytonów:

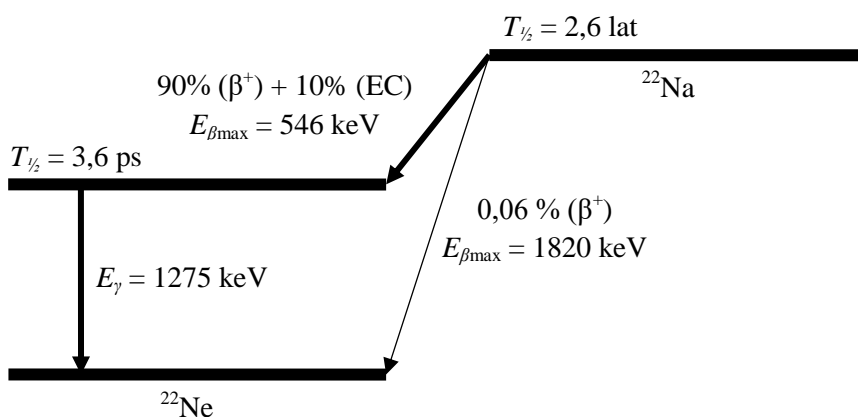
- spektroskopia Augera indukowana anihilacją pozytonów (ang. Positron Anihilation Inducted Auger Spectroscopy – PAIAS),
- mikroskopia pozytonowa.

Każda z powyższych metod wymaga odpowiedniego źródła pozytonów. W niektórych przypadkach możliwe jest wykorzystanie różnych metod pozyskiwania pozytonów, co pozwala uzyskać inne możliwości tych samych technik anihilacyjnych. Jest to niejednokrotnie kluczowe dla skuteczności ich zastosowania do danego problemu badawczego.

6.4.1. Implantacja pozytonów do materiału

Najczęściej jako źródło pozytonów wykorzystywane są jądra atomowe ulegające rozpadowi β^+ . Preferowane są izotopy długożyciowe, czyli o okresie połowicznego rozpadu rzędu lat. Pozwala to na utrzymanie praktycznie niezmiennego aktywności źródła (liczby rozpadów na sekundę) w trakcie trwania pojedynczego pomiaru oraz ich serii. Zapewnia również możliwość długotrwałego stosowania tego samego źródła promieniotwórczego (zazwyczaj przez czas nie mniejszy od okresu połowicznego rozpadu).

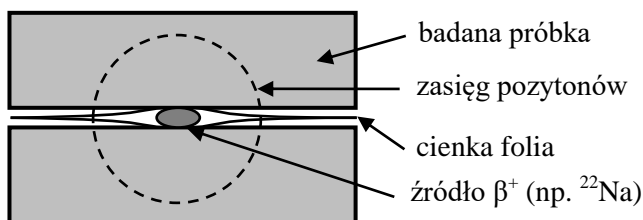
Specyficzne wymagania dotyczące źródła pozytonów ma technika PALS. Wymaga ona sygnału określającego moment powstania pozytonu, który służy do rozpoczęcia pomiaru czasu. Najczęściej uzyskuje się to przez użycie źródła, które emituje foton γ w jak najkrótszym czasie po rozpadzie β^+ . Spośród spełniających te warunki izotopów największą popularnością cieszy się ^{22}Na , którego schemat rozpadu przedstawiony został na rys. 6.13.



Rys. 6.13. Schemat rozpadu β^+ izotopu ^{22}Na

Jego okres połowicznego rozpadu $T_{1/2} = 2,6$ lat, co pozwala używać jednego źródła przez kilka lat. Aż 90% rozpadów promieniotwórczych z ^{22}Na do ^{22}Ne odbywa się z emisją pozytonu i fotonu γ . Ten ostatni ma energię 1275 keV, dzięki której łatwo go odróżnić od fotonu anihilacyjnego o energii 511 keV. Ponadto jest on emitowany z $T_{1/2} = 3,6$ ps, co oznacza, że połowa fotonów emitowana jest w krótszym czasie po emisji pozytonu.

Osadzony z wodnego roztworu $^{22}\text{NaCl}$ preparat promieniotwórczy zamykany jest w osłonie z cienkiej folii (np. 8 μm Kapton lub 2 μm tytan) dobranej tak, aby absorpcja pozytonów nie przekraczała w niej 10%. Podczas pomiarów próbka otacza źródło tak, aby wszystkie pozytony anihilowały w badanym ośrodku (Rys. 6.14).



Rys. 6.14. Pozycja próbki i źródła β^+ zamkniętego w folii podczas pomiaru

Grubość próbki musi być większa niż maksymalna głębokość penetracji ośrodka przez pozytony emitowane ze źródła. Tą głębokość najłatwiej oszacować za pomocą przybliżonego empirycznego wzoru na profil implantacji pozytonów [4]:

$$P(z) = \frac{1}{R} \exp\left(-\frac{z}{R}\right), \quad (6.17)$$

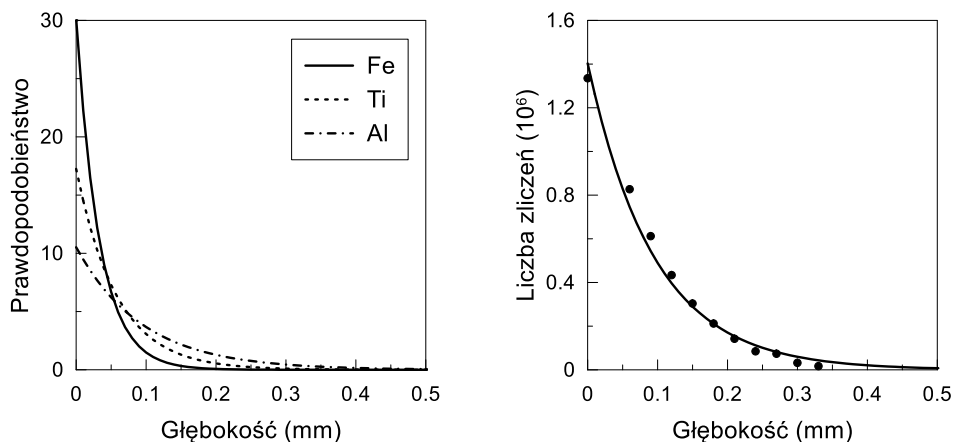
gdzie:

$$R = \frac{(E_{\beta_{\max}})^{1,43}}{16d} - \text{zasięg implantacji pozytonów (cm),}$$

z – głębokość (cm),

$E_{\beta_{\max}}$ – maksymalna energia pozytonów (MeV),

d – średnia gęstość materiału (g/cm^3).



Rys. 6.15. Profil implantacji pozytonów ze źródła β^+ (^{22}Na) w różnych materiałach (lewa). Porównanie eksperymentalnego profilu implantacji w glinie z profilem przybliżonym wzorem (6.17) (prawa)

Powyższy wzór określa liczbę pozytonów N jakie dotrą na głębokość z zanim ulegną termalizacji, a następnie anihilacji. Ponieważ kształt profilu jest stały, można jednoznacznie określić go parametrem R . W warstwie materiału $0-R$ anihiluje ok. 37% pozytonów. Często stosowane jest pojęcie głębokości informacyjnej Z_{inf} , tzn. takiej do której anihiluje 99% pozytonów. Z równania (6.17) wynika, że dla danego izotopu β^+ o energii maksymalnej pozytonów $E_{\beta_{max}}$ zasięgi implantacji pozytonów będą różne w materiałach o różnej gęstości (rys. 6.15, tabela 6.3). Jest to istotny czynnik, który należy uwzględnić podczas porównania wyników badania warstwy wierzchniej różnych materiałów za pomocą metod anihilacyjnych.

Tabela 6.3. Gęstość wybranych metali i wyznaczony na tej podstawie ze wzoru (17) zasięg implantacji oraz głębokość informacyjna pozytonów ze źródła ^{22}Na oraz ^{44}Ti

materiał	d [g/cm^3]	^{22}Na		^{44}Ti	
		R [μm]	Z_{inf} [μm]	R [μm]	Z_{inf} [μm]
Fe	7,87	33	153	138	637
Ti	4,52	58	267	241	1110
Al	2,76	95	438	395	1820

Interesującą alternatywą dla ^{22}Na jako źródła pozytonów w eksperymentach PALS jest rozpad ^{44}Ti , podczas którego emitowane są pozytony o $E_{\beta\text{max}} = 1474$ keV oraz foton γ o $E = 1157$ keV po $T_{1/2} = 2,6$ ps. Zbliżone parametry emisji promieniowania γ pozwalają używać ^{44}Ti zamiennie z ^{22}Na , natomiast niemal trzykrotnie większa energia pozytonów zapewnia znacznie większy zasięg implantacji (tabela 6.3). Co więcej $T_{1/2} = 60$ lat tego źródła sprawia, że praktycznie nie wymaga ono wymiany z powodu spadku aktywności.

Te same źródła pozytonów można stosować w DBARL oraz ACAR, jednak korzystne jest stosowanie źródła ^{68}Ge . Ponieważ nie emituje ono praktycznie promieniowania γ , tło pod pikiem 511 keV jest znacznie zredukowane pozwalając uzyskać lepszą dokładność. Wadą ^{68}Ge jest dosyć krótki okres połowicznego rozpadu $T_{1/2} = 271$ dni. Aktywności źródeł wykorzystywanych w PALS i DBARL nie przekraczają zwykle 1 MBq. Natomiast ACAR, gdzie problem tła odgrywa znacznie mniejszą rolę, umożliwia stosowanie znacznie silniejszych źródeł (nawet kilka GBq). Pozwala to skrócić znacznie dłuższe w tym przypadku czasy pomiaru.

Uzyskanie strumienia pozytonów o dużym natężeniu za pomocą izotopowych źródeł pozytonów jest nieefektywne ze względu na autoadsorbcję w materiale źródła oraz na zaburzające pomiary tło promieniowania rozproszonego. Również pożądana w wielu pomiarach regulacja głębokości implantacji pozytonów jest niemożliwa dla takich źródeł. Ciągły rozkład energii kinetycznej pozytonów emitowanych ze źródeł izotopowych zawsze pozwala uzyskać największą część informacji z powierzchni materiału (rys. 6.15), ale niemożliwe jest oddzielenie jej od informacji pochodzącej ze większych głębokości. Tych niedogodności pozwalają unikać monoenergetyczne wiązki powolnych pozytonów. Ich działanie oparte jest na różnych mechanizmach tworzenia pozytonów, ale cechą wspólną jest spowolnienie pozytonów do energii poniżej 1 keV, a następnie uformowanie w wiązkę, przyspieszenie do żądanej energii i zaimplantowanie do badanej próbki.

Na wyznaczenie zasięgu pozytonów monoenergetycznych pozwala profil implantacji Machowa:

$$N = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} \exp \left[- \left(\frac{z}{z_0} \right)^m \right], \quad (6.18)$$

gdzie:

$$z_0 = \frac{z_{sr}}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{m}\right)},$$

$$z_{sr} = \frac{AE^n}{d} - \text{średnia głębokość implantacji (cm),}$$

$\Gamma(x) = \int_0^\infty t^{x-1} e^{-t} dt$ – funkcja gamma,

d – średnia gęstość materiału (g/cm^3),

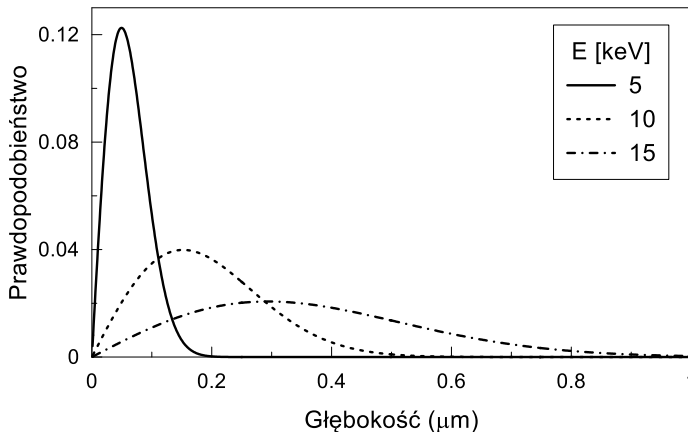
E – energia pozytonów (keV).

Wartości parametrów:

$$m = 2, n = 1,6, A = 4 \mu\text{g cm}^{-2} \text{keV}^{-n}$$

zostały określone empirycznie.

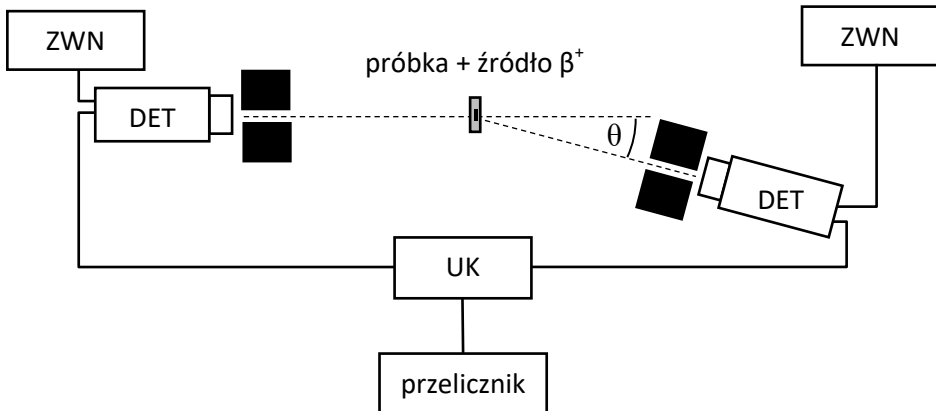
Wyznaczone w ten sposób profile implantacji (rys. 6.16) mają kształt nieco asymetrycznych wierzchołków sięgających od zera do pewnej maksymalnej głębokości z_{max} . Ze wzrostem energii pozytonów wzrasta średnia głębokość implantacji z_{sr} , jak również szerokość wierzchołków. W efekcie uzyskana informacja pochodzi z całego przedziału $0-z_{max}$, ale w odróżnieniu od źródła izotopowego wkład warstwy powierzchniowej nie jest dominujący. Energia pozytonów z wiązki zazwyczaj nie przekracza 30 keV, co pozwala na badania znacznie cieńszej warstwy materiału (do kilku μm) niż źródła izotopowe.



Rys. 6.16. Profile Machowa implantacji w żelazie monoenergetycznych pozytonów o różnych energiach E

6.4.2. Pomiary pędu anihilującej pary elektron-pozyton

Początkowo pomiary pędu anihilujących elektronów były możliwe jedynie za pomocą techniki korelacji kątowych promieniowania anihilacyjnego (ACAR). Układ pomiarowy w podstawowej wersji (rys. 6.17) składa się z dwu detektorów scyntylacyjnych (DET). Każdy z nich umieszczony jest w odległości kilku metrów od próbki ze źródłem, przy czym jeden z nich ma możliwość poruszania się po łuku i odchylenia o pewien niewielki kąt względem linii łączącej próbkę i drugi detektor. Przed detektorami umieszczone są ołowiane kolimatory z kilkumilimetrową szczeliną, która ogranicza kąt padającego promieniowania. Układ koincydencyjny (UK) zapewnia, że zdarzenia rejestrowane są tylko wtedy gdy obydwa detektory zarejestrują promieniowanie jednocześnie (w praktyce oznacza to, że pojawiły się w zadanym krótkim odcinku czasu). Przelicznik zlicza kolejne zdarzenia zaakceptowane przez UK i uzyskiwany jest wynik w postaci liczby zliczeń dla danego kąta. Widmo pędów rejestrowane jest punkt po punkcie dla kolejnych kątów, pod jakimi ustawiany jest ruchomy detektor. Istnieje również znacznie bardziej zaawansowana wersja ACAR, w której wykorzystywane są dwuwymiarowe tablice detektorów umieszczone nieruchomo naprzeciwko siebie. Jest to jednak kosztowny i skomplikowany układ, których powstało jedynie kilka na świecie.



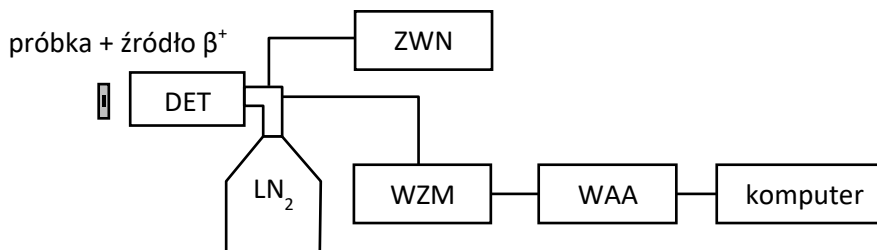
Rys. 6.17. Schemat budowy układu do pomiaru korelacji kątowych promieniowania anihilacyjnego, gdzie:

ZWN – zasilacz wysokiego napięcia,

DET – detektor scyntylacyjny,

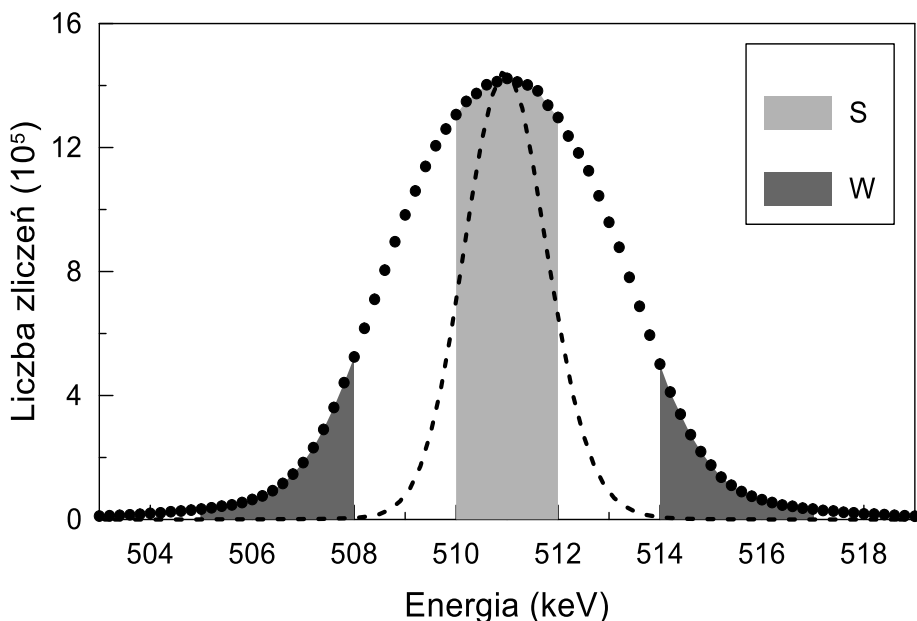
UK – układ koincydencyjny.

Nowszą techniką określania rozkładu pędów jest badanie poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej (DBARL). Najprostszym układem do pomiarów DBARL jest standardowy spektrometr promieniowania γ wykorzystywany w spektroskopii jądrowej (rys. 6.18). Jego podstawowym elementem jest detektor półprzewodnikowy (DET), którym zazwyczaj jest HPGe – wysokiej czystości detektor germanowy chłodzony ciekłym azotem LN_2 . Sygnał z tego detektora jest kondycjonowany (wzmacniany, odszumiany itp.) przez wzmacniacz spektrometryczny (WZM). Następnie jego amplituda, która jest proporcjonalna do energii promieniowania γ , jest rejestrowana przez wielokanałowy analizator amplitudy (WAA). Uzyskana informacja jest przetwarzana do postaci cyfrowej i gromadzona w postaci histogramu liczby zliczeń, którego przedziały przypisane są zakresom energii, czyli tzw. widma energetycznego (rys. 6.19). Półprzewodnikowy spektrometr promieniowania γ rejestrując foton anihilacyjny pozwala z dużą dokładnością (poniżej 1 keV) określić jego energię. Pozwala to rejestrować jednocześnie całe widmo energetyczne, które przeliczane jest na pędy wg wzoru (6.5). Ponadto, nie ma potrzeby odsuwania detektora od próbki i źródła pozytonów na dużą odległość, co znacząco zwiększa wydajność rejestracji promieniowania anihilacyjnego. W efekcie uzyskanie widm o porównywalnych liczbach zliczeń jest wielokrotnie szybsze w DBARL niż w ACAR. Podstawową wadą DBARL jest znacznie gorsza zdolności rozdzielcza niż w ACAR. Mimo to pod koniec XX w. ACAR został praktycznie wyparty przez spektroskopię poszerzenia dopplerowskiego. Obecnie pozostały jedynie nieliczne wyspecjalizowane układy ACAR, które są wykorzystywane do badań szczegółów struktury elektronowej niezdefektowanych materiałów.



Rys. 6.18. Schemat budowy spektrometru poszerzenia dopplerowskiego, gdzie:

- ZWN – zasilacz wysokiego napięcia,
- DET – detektor półprzewodnikowy chłodzony ciekłym azotem,
- WZM – wzmacniacz spektrometryczny,
- WAA – dwuwymiarowy wielokanałowy analizator amplitudy,
- LN_2 – pojemnik z ciekłym azotem

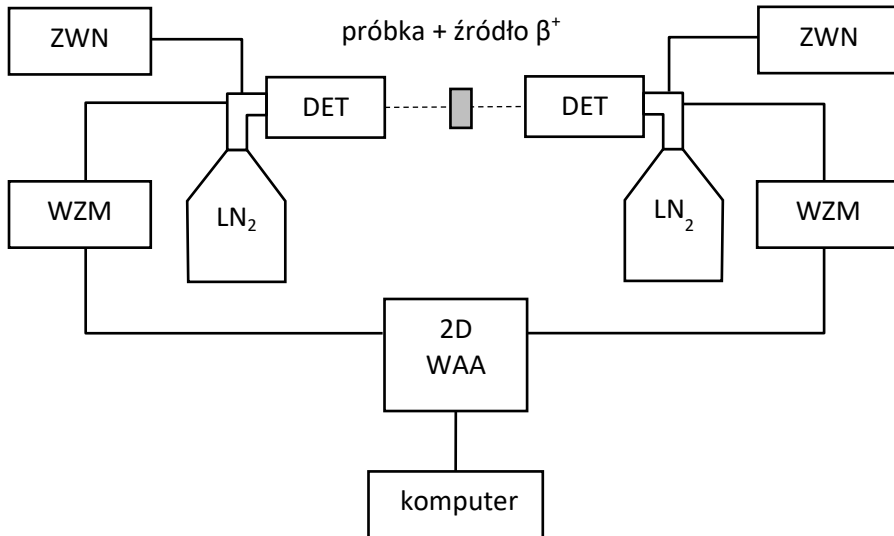


Rys. 6.19. Wierchołek anihilacyjny z zaznaczonymi typowymi przedziałami energii, na podstawie których wyznaczane są parametry S i W. Linia przerywaną oznaczono krzywą zdolności rozdzielczej

Ograniczenia zdolności rozdzielczej DBARL wymusiły opracowanie uproszczonej metody analizy wyników, która jednak pozwalałaby na porównanie otrzymywanych rezultatów. W tym celu porównuje się widma energetyczne na podstawie sumy liczb zliczeń w dwu zakresach: niskich oraz wysokich pędów (rys. 6.19). Stosunki tych wartości do całkowitej liczby zliczeń w widmie nazywane są odpowiednio parametrami S oraz W. Wyniki pomiarów przedstawiane są w postaci zależności S i W (lub stosunku S/W) od badanej wielkości, ale również w postaci zależności S(W). Na podstawie tej ostatniej można stwierdzić, czy obserwowane zmiany struktury badanego materiału są skutkiem jednego procesu, gdyż wtedy punkty S(W) układają się na linii prostej. Zmiana jej nachylenia zazwyczaj oznacza zmianę charakteru procesu będącego przyczyną modyfikacji struktury materiału.

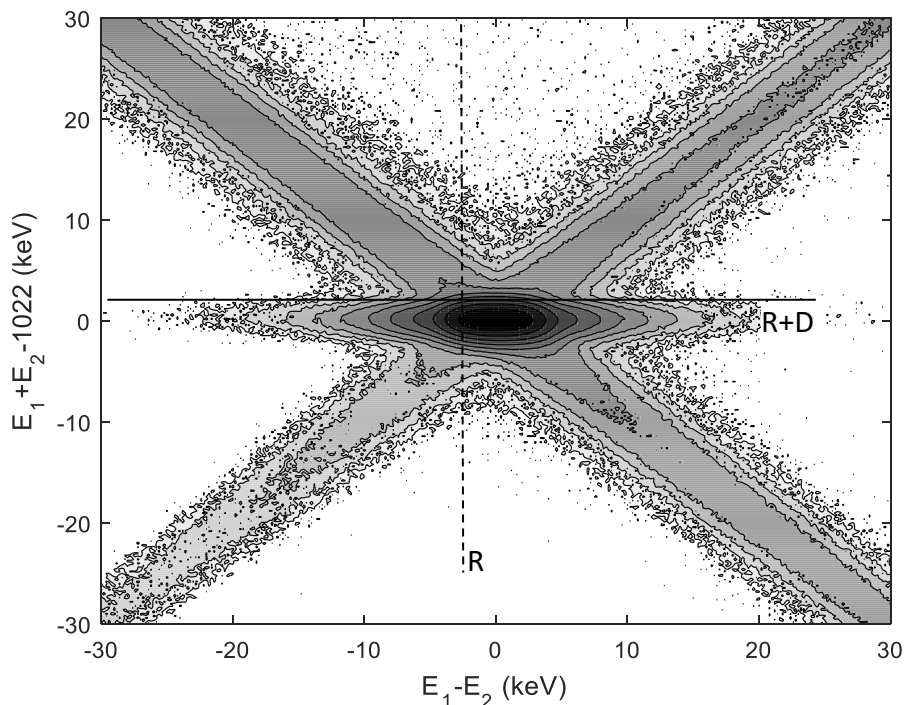
Rozszerzenie możliwości DBARL, szczególnie w zakresie wysokich pędów umożliwiło zastosowanie koincydencyjnego spektrometru poszerzenia dopplerowskiego (rys. 6.20). Jego budowa to właściwie podwojony spektrometr promieniowania γ , w którym zastosowano specyficzny dwuwymiarowy wielokanałowy analizator amplitudy (2D WAA). Jest to urządzenie, które rejestruje

jednocześnie dwie wartości amplitudy sygnału (energii promieniowania γ). Odbywa się to tylko w sytuacji, gdy na obydwu jego wejściach pojawią się sygnały z każdego z detektorów.



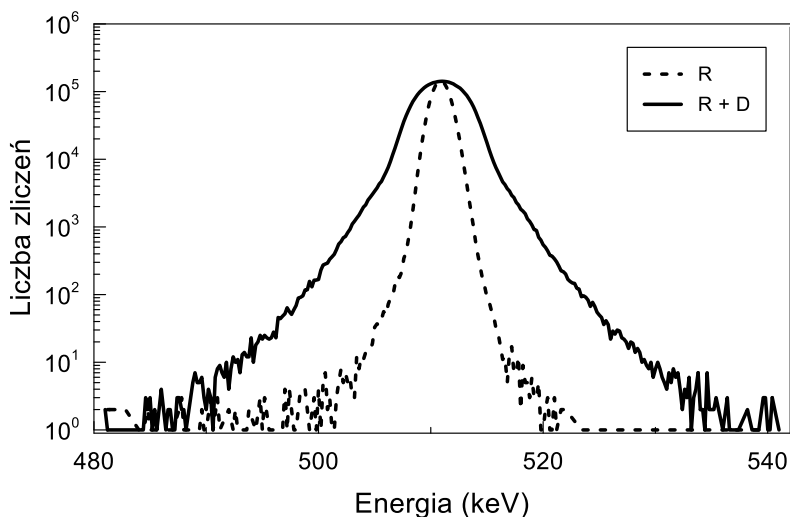
Rys. 6.20. Schemat budowy koincydencyjnego spektrometru poszerzenia dopplerowskiego, gdzie:
 ZWN – zasilacz wysokiego napięcia,
 DET – detektor półprzewodnikowy chłodzony ciekłym azotem,
 WZM – wzmacniacz spektrometryczny,
 2D WAA – dwuwymiarowy wielokanałowy analizator amplitudy

Najnowocześniejsze spektrometry tego typu zamiast WZM oraz WAA wykorzystują digitizery (konwertery analogowo-cyfrowe) o rozdzielczości 16 bit (65536 poziomów próbkowania). Pozwala to wykonać analizę amplitudy sygnałów za pomocą specjalnych algorytmów. W obydwu przypadkach istotne jest ustawienie detektorów i próbki ze źródłem pozytonów w jednej linii, aby trafiły do nich rozchodzące się w przeciwnych kierunkach fotony anihilacyjne.



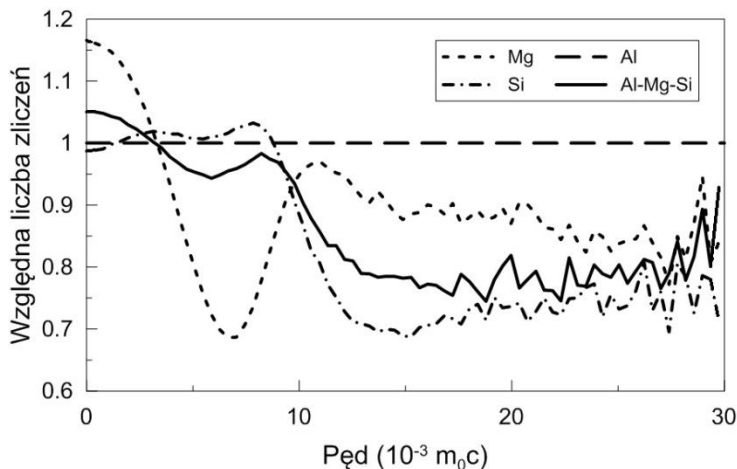
Rys. 6.21. Dwuwymiarowe widmo energetyczne uzyskane w wyniku koincydencyjnego pomiaru poszerzenia dopplerowskiego. Przekrój w kierunku R pozwala określić zdolność rozdzielczą spektrometru koincydencyjnego, a przekrój w kierunku R+D – poszerzenie dopplerowskie energii fotonów anihilacyjnych.

Efektom działania koincydencyjnego DBARL jest dwuwymiarowy histogram liczb zliczeń, na którego osiach znajdują się energie z pierwszego i drugiego detektora (E_1 i E_2). Nieco wygodniejszą do przedstawienia i dalszej analizy formą jest histogram (rys. 6.21), którego osie przeskalowano do różnicy energii ($E_1 - E_2$) oraz ich sumy ($E_1 + E_2 - 1022$ keV). Przesunięcie o 1022 keV wykonuje się aby wierzchołek anihilacyjny znalazł się w zerze tej osi. W takim układzie współrzędnych widmo koincydencyjne jest przekrojem poziomym przez wykres dwuwymiarowy przy $E_1 + E_2 - 1022$ keV = 0. Natomiast przekrój pionowy przy $E_1 - E_2 = 0$ pozwala określić zdolność rozdzielczą układu dwu spektrometrów, która jest lepsza niż każdego ze spektrometrów oddzielnie (rys. 6.22).



Rys. 6.22. Przekroje widma z rys. 6.21 przedstawiające zdolność rozdzielczą spektrometru koincydencyjnego (R) oraz poszerzenie dopplerowskie energii fotonów anihilacyjnych (R+D) (lewa)

Wykorzystanie techniki koincydencyjnej pozwoliło około dwukrotnie zwiększyć zakres pędów badanych za pomocą DBARL, co umożliwiło sięgnięcia zakresu pędów rzadko badanego przez ACAR ze względu na ogromną czasochłonność pomiarów. Mimo to rozkład poszerzonego dopplerowsko wierzchołka anihilacyjnego na wkłady od pędów poszczególnych elektronów w atomach lub ich grup jak na rys. 6.22 nie zyskał popularności ze względu na znaczną komplikację tego typu obliczeń. Ponadto taka ilościowa analiza często nie jest potrzebna do badań zmian struktury materiałów. W wielu wypadkach wystarcza jakościowe porównanie widm. Jednak część niskopędowa wierzchołka wciąż pozostała rozmyta przez pięciokrotnie gorszą niż w ACAR zdolność rozdzielczą. Dlatego wierzchołki anihilacyjne mimo poszerzenia dopplerowskiego nie różnią się wyraźnie od siebie, co utrudnia ich porównywanie. Z tego powodu popularna stała się metoda porównywania widm poszerzenia dopplerowskiego na podstawie ich różnic względem wybranego widma odniesienia. Przykładowo na rys. 6.23 przedstawiono takie różnicowe widma magnezu i krzemu względem glinu. Ich porównanie z widmem stopu glin-magnez-krzem pozwala zauważyć cechy każdego z tych widm w widmie stopu. W pomiarach tego typu czasami wyznaczany jest wkład każdego z widm elementów składowych w widmie stopu w celu ilościowego oszacowania zawartości atomów poszczególnych pierwiastków w otoczeniu anihilującego pozytonu.



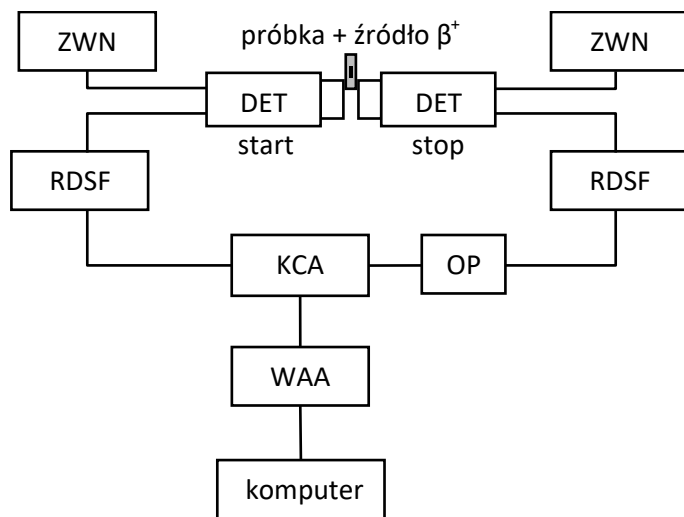
Rys. 6.23. Różnicowe (względem glinu) widma poszerzenia dopplerowskiego energii fotonów anihilacyjnych dla magnezu, krzemu oraz stopu glin-magnez-krzem.

6.4.3. Spektroskopia czasów życia pozytonów

Spektroskopia czasów życia pozytonów (ang. PALS) polega na pomiarze odstępu czasu między rejestracją dwu fotonów γ , z których pierwszy sygnalizuje powstanie pozytonu, a drugi – jego anihilację. Każdy z tych fotonów ma inną, charakterystyczną energię (np. w przypadku źródła ^{22}Na : 1275 keV i 511 keV). Zatem pomiar czasu wymaga dodatkowej selekcji zarejestrowanych zdarzeń ze względu na zmierzone energie. Do tego typu badań wykorzystywany jest spektrometr koincydencji opóźnionych. W klasycznej konfiguracji tego układu obydwa zadania, tj. pomiar czasu i energii, są rozdzielone. Wykonują je specjalizowane układy elektroniczne zgrupowane odpowiednio w tzw. „gałęzi szybkiej” (czasowej) i „gałęzi powolnej” (energetycznej). Taki układ nazywany jest „szybko-powolny”. Nowszym rozwiązaniem jest spektrometr typu „szybko-szybkiego”. Dzięki zastosowaniu bardziej zaawansowanej elektroniki (tzw. różnicowych dyskryminatorów stałofrakcyjnych) wykonuje on zarówno pomiar czasu, jak i analizę energii fotonów w „gałęzi szybkiej”. Pozwala to na uproszczenie budowy spektrometru i usunięcie „gałęzi powolnej”. Dzieje się tak zazwyczaj kosztem nieznacznego pogorszenia zdolności rozdzielczej spektrometru.

W wyniku rozwoju techniki cyfrowej stały się dostępne szybkie digitizery o częstości próbkowania rzędu kilku miliardów próbek na sekundę (GS/s). Pozwoliło to na konstrukcję cyfrowego spektrometru PALS. Jego budowa jest jeszcze prostsza niż spektrometru „fast-fast”, gdyż zrezygnowano w nim całko-

wicie z jakiegokolwiek obróbki sygnałów w układach elektroniki analogowej. Detektory są podłączone bezpośrednio do digitizera, który rejestruje impulsy w postaci cyfrowej. Cyfrowe dane są gromadzone lub na bieżąco przetwarzane. Są one interpolowane w celu odtworzenia kształtu impulsów, a odpowiednie algorytmy analizują ich amplitudy i różnice czasu między ich nadejściem. Niektóre z ograniczeń elektroniki analogowej nie dotyczą cyfrowego spektrometru czasów życia pozytonów, co pozwala na uzyskanie lepszej czasowej zdolności rozdzielczej oraz poprawienie jego wydajności.



Rys. 6.24. Schemat budowy spektrometru koincydencji opóźnionych typu „fast-fast”, gdzie:

ZWN – zasilacz wysokiego napięcia,

DET – detektor scyntylacyjny,

RDSF – różnicowy dyskryminator stałofrakcyjny,

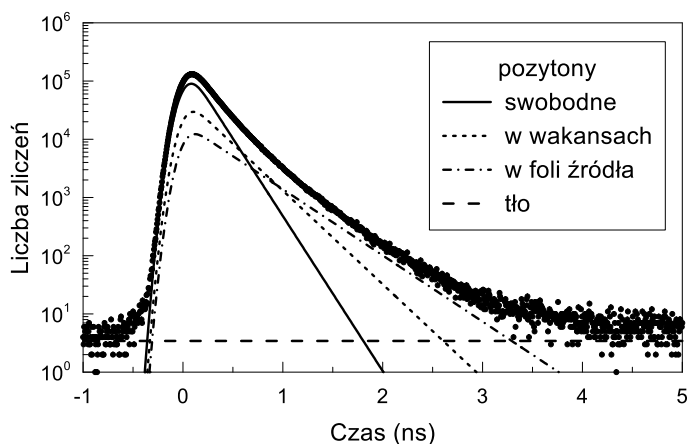
KCA – konwerter czasu na amplitudę,

OP – linia opóźniająca,

WAA – wielokanałowy analizator amplitudy

Schemat budowy spektrometru czasów życia pozytonów typu „szybko-szybkiego” został przedstawiony na Rys. 6.24. Dwa detektory scyntylacyjne (DET) umieszczone są możliwie blisko badanej próbki ze źródłem pozytonów (Rys. 6.14). Istotne jest aby detektory nie znajdowały się na jednej linii ze źródłem, aby uniknąć rejestracji obydwu fotonów anihilacyjnych (511 keV) w każdym z nich. Jeden z detektorów („start”) dedykowany jest tylko rejestracji fotonów towarzyszących powstaniu pozytonu, a drugi („stop”) – jego anihilacji. Za wybór odpowiednich energii odpowiedzialne są różnicowe dyskryminatory sta-

łofrakcyjne (RDSF). Jednak ich podstawową funkcją jest minimalizacja rozrzu-
tów czasowych tak, aby uzyskać jak najlepszą czasową zdolność rozdzielczą
spektrometru. Następnie sygnały z RDSF trafiają do konwertera czasu na ampli-
tudę (KCA), gdzie generowany jest impuls o amplitudzie proporcjonalnej do
różnicy czasów przyjścia sygnałów „start” i „stop”. Aby uzyskać lepsze parametry
konwersji sygnał „stop” opóźniony jest o stały czas za pomocą linii opóźnia-
jącej (OP). Z kolei sygnał z KCA przetwarzany jest przez wielokanałowy anali-
zator amplitudy (WAA) do postaci cyfrowej i gromadzony w postaci histogramu
zwanego widmem czasów życia pozytonów (rys. 6.25).



Rys. 6.25. Widmo czasów życia pozytonów w tytanie

Aby odczytać informację fizyczną zawartą w widmie czasów życia pozytonów konieczna jest jego analiza numeryczna. Istnieją dedykowane do tego celu programy takie jak PALSfit, LT oraz MELT. Pozwalają one na dopasowanie do punktów składających się na widmo czasowe funkcji teoretycznej, która uwzględnia rozmycie spowodowane przez zdolność rozdzielczą spektrometru oraz wkład tła koincydencji przypadkowych:

$$N(t) = N_0 \int_0^{\infty} R(t-t')Z(t')dt' + T, \quad (6.19)$$

gdzie:

N_0 – całkowita liczba zliczeń w widmie,

$R(t)$ – funkcja zdolności rozdzielczej, najczęściej przybliżana przez sumę funkcji Gaussa,

$Z(t)$ – poszukiwana funkcja opisująca prawdopodobieństwo anihilacji pozytonów w funkcji czasu,

T – tło zliczeń przypadkowych.

Średnie czasy życia i natężenia poszczególnych składowych, które pozwalają uzyskać informację o badanym materiale, są parametrami dopasowania funkcji:

$$Z(t) = \sum_{i=1}^n \frac{I_i}{\tau_i} \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right), \quad (6.20)$$

gdzie:

n – liczba składowych w widmie,

τ_i – średni czas życia i -tej składowej,

I_i – natężenie i -tej składowej.

Punkty widma czasów życia pozytonów obarczone są rozrzutem statystycznym. Dlatego dopasowana funkcja teoretyczna nie może przebiegać idealnie przez nie. Odchylenia punktów doświadczalnych od prawidłowo dopasowanej funkcji teoretycznej powinny być opisane rozkładem Poissona. Powszechnie stosowaną metodą weryfikacji poprawności dopasowania jest statystyczny test χ^2 . Właściwy wybór funkcji teoretycznej oraz prawidłowy dobór jej parametrów potwierdza wartość χ^2 zbliżona do 1.

Trudności w analizie widma czasów życia zależą przede wszystkim od stopnia jego złożoności, który z kolei zazwyczaj wynika z liczby składowych zawartych w widmie. Często funkcja teoretyczna może zostać ustalona dopiero w wyniku próbnych analiz wyników wielu pomiarów, np. dla serii próbek. Im bardziej złożone widmo tym większa liczba zliczeń jest potrzebna do przeprowadzenia jego poprawnej analizy. Typowe liczby zliczeń w widmach czasów życia wynoszą od kilkuset tysięcy do kilkunastu milionów. Lepszą dokładność można uzyskać bez zwiększania liczby zliczeń przez ustalenie wartości niektórych parametrów (np. związanych z poprawką na źródło lub krzywą zdolności rozdzielczej), które zostały określone w wyniku dodatkowych pomiarów.

Literatura

1. Dryzek J.: *Charakterystyki procesu anihilacji pozytonów w fazie skondensowanej*. Wyd. Uniwersytetu Jagiellońskiego, 2005.
2. Dryzek J.: *Wstęp do spektroskopii anihilacji pozytonów w ciele stałym*. Wyd. Uniwersytetu Jagiellońskiego, 1997.

3. Eldrup M.: *Positron Methods for the Study of Defects in Bulk Materials*. Journal de Physique IV Colloque, 1995, vol. 5, iss.C1, s.93-109.
4. Hautojärvi P.: *Positrons in Solids*. Wyd. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York 1979.
5. Jean, Y.C., Mallon, P.E., Schrader, D.M.: *Principles And Applications Of Positron And Positronium Chemistry*. Wyd. World Scientific, Singapore 2002.
6. Jensen K.O., Walker. A.B.: *Positron thermalization and non-thermal trapping in metals*. Journal of Physics: Condensed Matter, 1990, vol. 2, iss. 49, s. 9757.
7. Ohkubo H., Tang Z., Nagai Y., Hasegawa M., Tawara, T., Kiritani, M.: *Positron annihilation study of vacancy-type defects in high-speed deformed Ni, Cu and Fe*. Materials Science and Engineering, 2003, vol. 350, iss. 1, s. 95-101.