

# ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТНОГО КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА (ККМ) МЕТОДОМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ (РЭМ)

Бузмаков А.А. Овечкин М.В.

Оренбургский Государственный Университет, г. Оренбург

Растровый электронный микроскоп (РЭМ) — прибор класса «электронный микроскоп», предназначенный для получения изображения поверхности объекта с высоким (до 0,4 нм) пространственным разрешением, информации о составе, строении и некоторых других свойствах приповерхностных слоёв. Его работа основана на принципе взаимодействия электронного пучка с исследуемым объектом.

В настоящее время существует огромное число выпускаемых рядом фирм разнообразных конструкций и типов РЭМ, оснащенных детекторами различных типов. Вот один из них.

JSM-6000 Neoscope II – это новейший настольный растровый электронный микроскоп с вольфрамовым источником электронов. Имея стоимость, сопоставимую со стоимостью хороших световых микроскопов, он обладает намного большей глубиной фокуса и несравнимо лучшим разрешением. Как следствие этого, JSM-6000 может работать в диапазоне увеличений от  $\times 10$  до  $\times 60000$  крат. Программное обеспечение позволяет проводить высокоточные количественные измерения на изображениях.



Рисунок 1. Растровый электронный микроскоп JEOL JSM-6000

Дружественное программное обеспечение, простота управления, невысокая стоимость и низкие эксплуатационные расходы делают этот прибор очень привлекательным для использования в научно-образовательных целях, а также при проведении поточных серийных исследований на производстве.

Для элементного микроанализа используется энергодисперсионный рентгеновский спектрометр (ЭДРС) [1].

С помощью РЭМ JEOL JSM-6000 были сделаны фотографии с поверхности образца ККМ, спеченного из смеси: монтмориллонит и каолинитсодержащих глин в соотношении 60:40% с добавлением цеолита.

Температура спекания составляла 1030 °С 1 час.

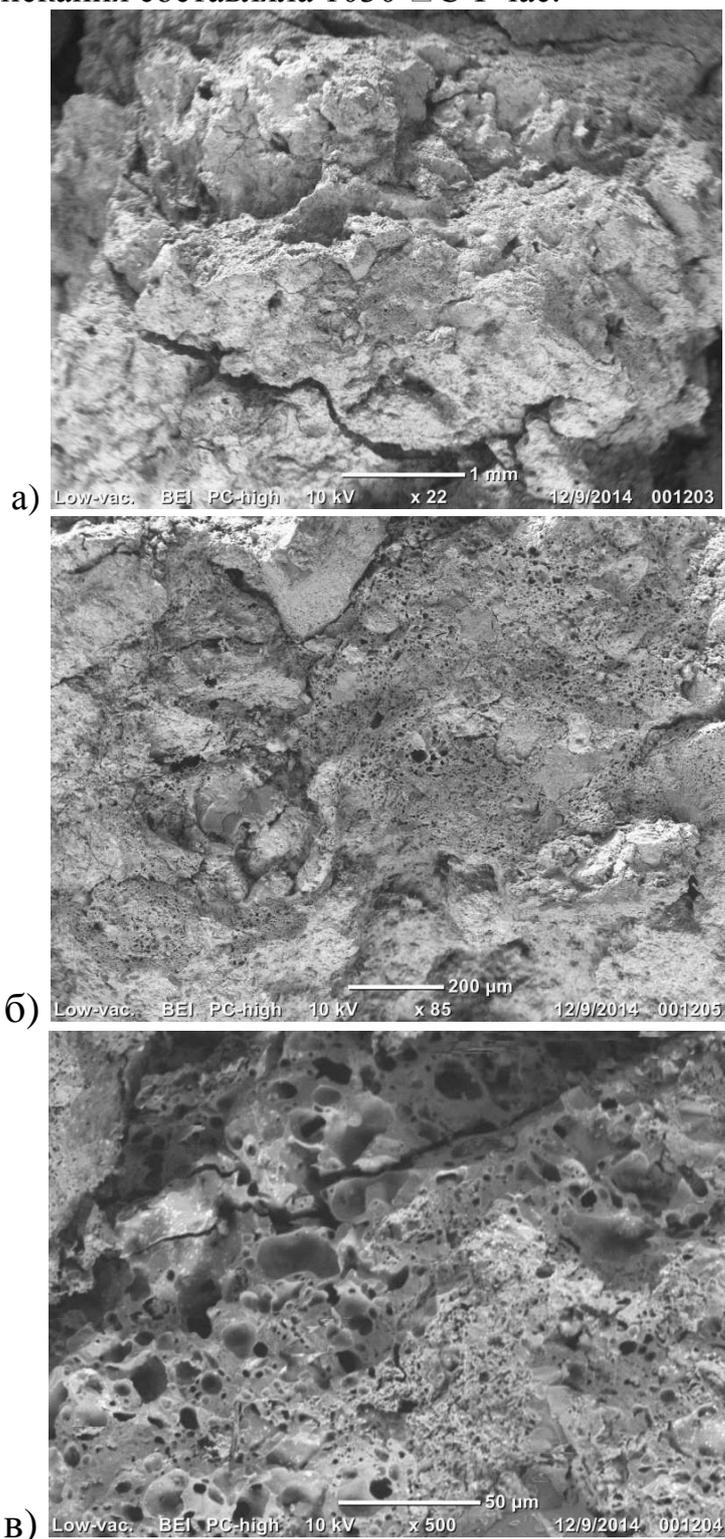


Рисунок 2. Микроструктура керамического образца ККМ при разных увеличениях (а,б,в)

На рисунке 2(а) видны характерные изломы. Пор, как таковых, при таком увеличении не видно. На рисунке 2(б) видны также изломы и поры. На рисунке 2(в) очень хорошо видны поры, и трещины. Особо крупные поры, их на рисунке около 10, размером 10–15 нм. Они имеют «каплевидную» форму.

Сделан спектральный микроанализ на химический состав (рисунок 3, таблица 1).

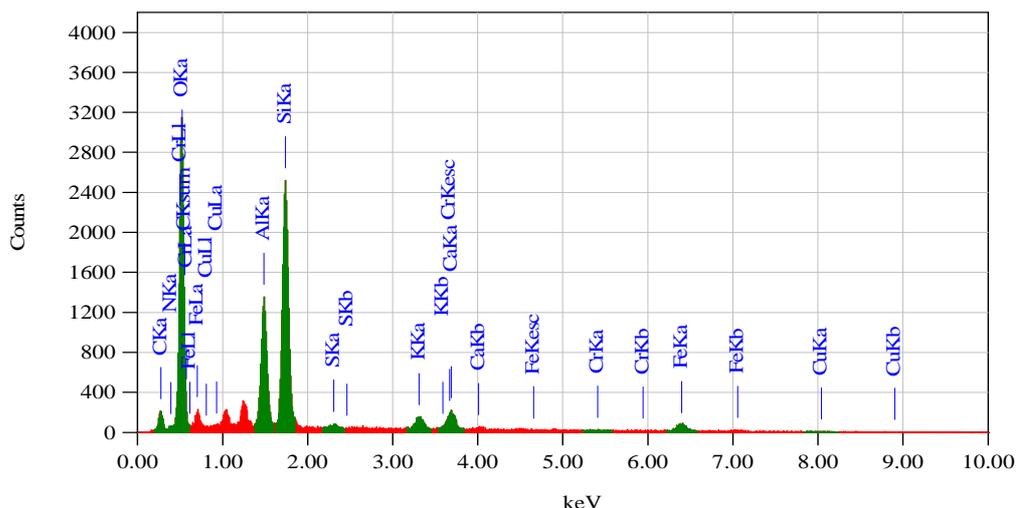


Рисунок 3. Спектральный микроанализ образца

Таблица 1–Элементарный состав ККМ на РЭМ JEOL JCM –6000

элемент	H	C	N	O	Al	Si	S
массовая доля, %	0	6,21	1,05	35,35	14,91	30,57	0,51

В таблице 2 представлен химический состав глин, содержащих монтмориллонит и каолинит.

Таблица 2– Химический состав керамики [2]

Глина	П.п.п.	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
К	9,61	57,46	4,90	0,53	11,00	8,21	2,93	2,04	3,04
М	7.08	55.90	9.51	0.86	18.63	0.72	2.05	1.90	3.24

Как видно, различными методами можно определить разные химические элементы. По моему мнению, более точным методом определения химического состава, является метод РЭМ.

Изучена микроструктура цеолита, который добавляли в глиняную смесь, как армирующий компонент, при разных увеличениях.

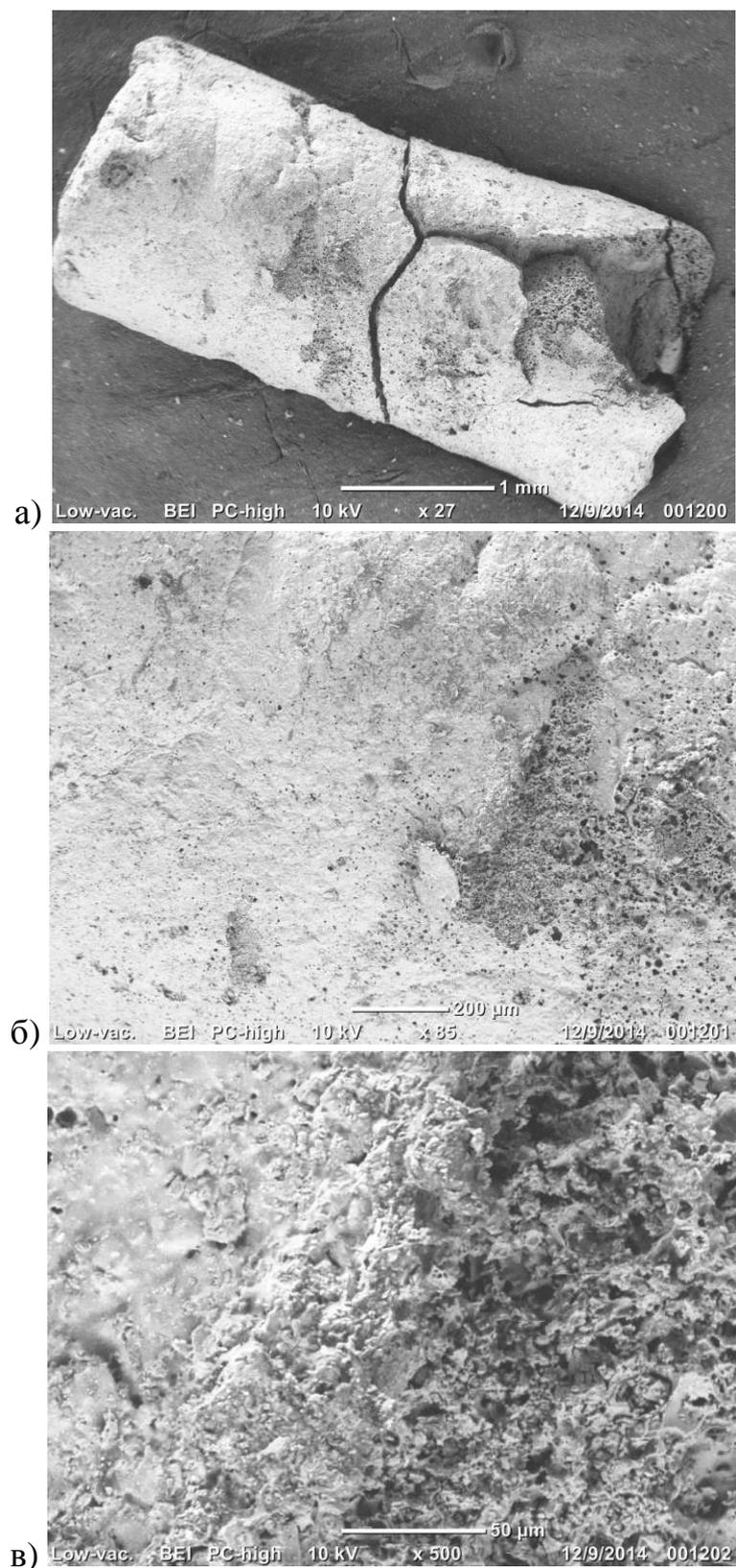


Рисунок 4. Микроструктура цеолита (а,б,в)

К рисунку 4:

а – общий вид гранулы цеолита,

б – типичный вид поверхности излома,

в – мелкодисперсионная однородная структура гранулы цеолита.

Был сделан элементный микроанализ цеолита. Примеры снимков, полученных с помощью ЭДРС (рисунок 5).

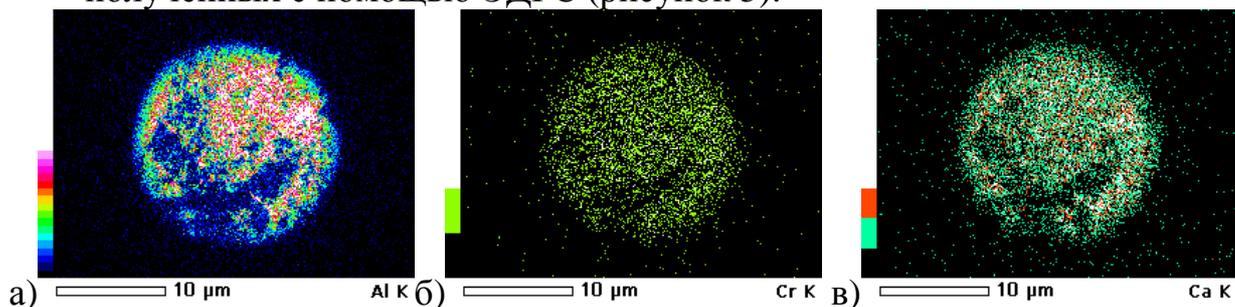


Рисунок 5. Элементный микроанализ цеолита (а,б,в)

Также как и для образца ККМ, проведен спектральный микроструктурный анализ на химический состав и для цеолита (рисунок 6).

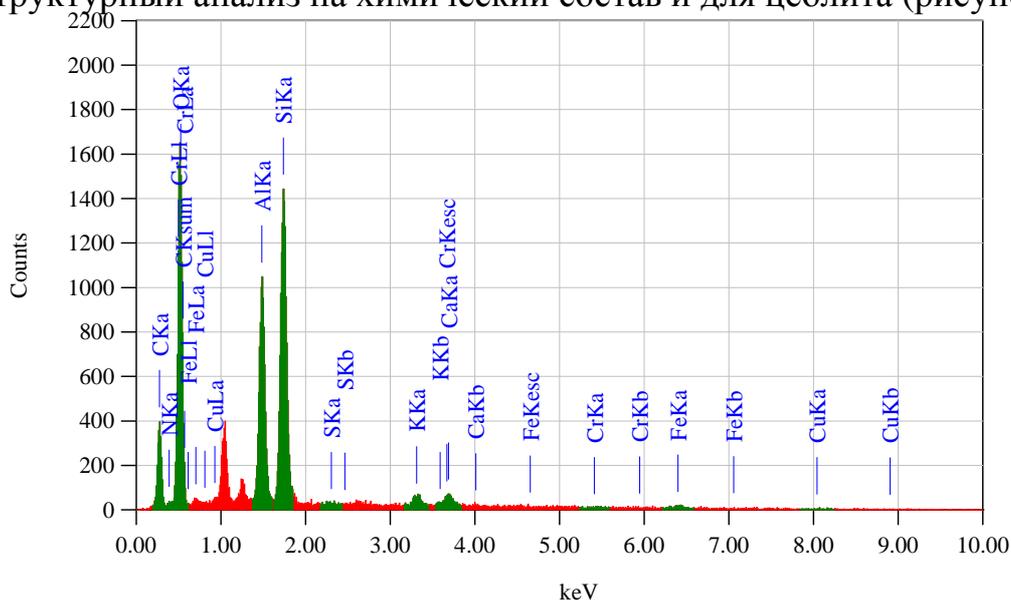


Рисунок 6. Спектральный микроструктурный анализ цеолита

Таблица 3–Элементный состав цеолита РЭМ (ЭДРС).

элемент	H	C	N	O	Al	Si	S	K	Ca
массовая доля, %	0	18,93	1,58	28,9	18,32	27,58	0,24	1,56	1,81

Вывод:

Применение РЭМ к композитным керамическим материалам, полученным из глин Оренбургской области, весьма целесообразно, поскольку РЭМ позволяет получить информацию о составе и структуре ККМ одновременно, которая (информация) не может быть получена другими методами.

#### Список литературы

1. Растровый электронный микроскоп (РЭМ) JEOL JCM-6000. Режим доступа: <http://www.arttool.ru> –20.11.2014.

2. *Каныгина, О.Н., Фракционные составы кирпичных глин Оренбуржья/Кравцова О.С., Четверикова А.Г., Кулеева А.Х., Сальникова Е.В., Волков Е.В., Шамбулатова А.Т. // Вестник ОГУ, 2011. - № 12. – С. 396-398.*