



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2008150799/28, 23.12.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
23.12.2008

(45) Опубликовано: 27.04.2010 Бюл. № 12

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: КАНЫГИНА О.Н. и др. Использование
коэффициентов отражения для анализа
структуры кремнеземистой керамики.
ВЕСТНИК КРСУ, 2002, №4, ([http:
//www/krsu.edu.kg/vestnik/2002/v4/al0.html](http://www/krsu.edu.kg/vestnik/2002/v4/al0.html)).RU
20968 U1, 10.12.2001. МХ РА 03007937 А,
04.03.2005. RU 2005116001 А, 20.11.2006.
КУРНАКОВ Н.С. Введение в физико-
химический анализ. - М.-Л.: Изд-во АН
СССР, (см. прод.)

Адрес для переписки:

119991, Москва, Ленинский пр-кт, 49,
Учреждение Российской академии наук
Институт металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова РАН

(72) Автор(ы):

Ермишкин Вячеслав Александрович (RU),
Минина Наталья Анатольевна (RU),
Федотова Нина Леонидовна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Учреждение Российской академии наук
Институт металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова РАН (RU)

**(54) СПОСОБ ФОТОМЕТРИЧЕСКОЙ ДИАГНОСТИКИ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В
ТВЕРДЫХ ТЕЛАХ ПО ДАННЫМ АНАЛИЗА СПЕКТРОВ ЯРКОСТИ ОТРАЖЕНИЯ СВЕТА ОТ
ИХ ПОВЕРХНОСТИ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к способам
определения физических условий, при которых в
металлах и сплавах происходят фазовые
превращения. Способ основан на совместном
анализе изображения фрагментов поверхности
исследуемого материала и спектров яркости
отражения от них видимого света, снятых до и

после внешнего физического воздействия,
вызывающего фазовый переход. Обработка
результатов исследования производится по
специальным компьютерным программам.
Изобретение позволяет упростить диагностику
фазовых превращений, повысить точность и
степень автоматизации обработки результатов
экспериментов. 11 ил.

(56) (продолжение):

1940, с.482-500. АНОСОВ В.Я. и др. Основы физико-химического анализа. - М.: Наука, 1978, с.131-134.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

G01N 21/55 (2006.01)*G01N 25/02* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008150799/28, 23.12.2008**(24) Effective date for property rights:
23.12.2008(45) Date of publication: **27.04.2010 Bull. 12**

Mail address:

**119991, Moskva, Leninskij pr-kt, 49, Uchrezhdenie
Rossijskoj akademii nauk Institut metallurgii i
materialovedenija im. A.A. Bajkova RAN**

(72) Inventor(s):

**Ermishkin Vjacheslav Aleksandrovich (RU),
Minina Natal'ja Anatol'evna (RU),
Fedotova Nina Leonidovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Uchrezhdenie Rossijskoj akademii nauk Institut
metallurgii i materialovedenija im. A.A. Bajkova
RAN (RU)****(54) METHOD OF PHOTOMETRIC DIAGNOSIS PHASE TRANSITIONS IN SOLID BODIES BASED ON
ANALYSIS DATA OF LUMINANCE SPECTRA OF LIGHT REFLECTED FROM SURFACES THEREOF**

(57) Abstract:

FIELD: physics, optics.

SUBSTANCE: invention relates to methods of determining physical conditions at which phase transitions in metals and alloys take place. The method is based on joint analysis of the image of fragments of the surface of analysed material and luminance spectra of visible light reflected from the

said surface, taken before and after the external physical action causing the phase transition. The analysis results are processed using special computer software.

EFFECT: invention simplifies diagnosis of phase transitions, increases accuracy and degree of automation of processing experimental results.

11 dwg

Предлагаемое изобретение относится к способам определения физических условий, при которых в исследуемом материале развивается фазовый переход, и параметров, характеризующих его кинетику. В физическом материаловедении и в практике термических и механико-термических обработок конструкционных материалов выбор режимов обработки, посредством которых в них формируется требуемый уровень свойств, проводится по результатам анализа структурного состояния материалов и, в том числе, по данным фазового анализа. Под фазой принято понимать гомогенную (однородную) часть материальной системы, которая отделена от остальных ее частей межфазной границей. Точки фазовых превращений веществ определяются по кривым изменения их структурно-зависимых характеристик в функции интенсивности внешнего энергетического воздействия, которое способно вызвать изменение фазового состава системы. Со времени разработки методов физико-химического анализа металлических сплавов Курнаковым Н.С. (Курнаков Н.С. Введение в физико-химический анализ. М.: Из-во АН СССР, 1940; Аносов В.Я., Озерова М.И., Фиалков Ю.Я. Основы физико-химического анализа. М.: Наука, 1978. 503 с.) точки фазовых превращений определяют по характерным изломам на кривых зависимости какого-либо физического свойства, отличающегося хорошей воспроизводимостью результатов измерения, в функции параметра, характеризующего интенсивность внешнего воздействия (температура, напряженность магнитного поля, содержание легирующего элемента, величина пластической деформации и т.д.). Образование фаз связывают с определенным видом межатомных взаимодействий, которые определяют тип кристаллической решетки фазы, ее химический состав и в конечном итоге все ее физические характеристики. Природа межатомных связей обусловлена, прежде всего, электронным строением атомов, вступивших во взаимодействие. Отражательная способность световых волн от поверхности твердых тел так же обусловлена электронной структурой атомов, из которых они состоят, так как элементарным актом отражения падающих на поверхность фотонов является их рассеяние на валентных электронах материала. Углы и интенсивности их рассеяния прямо зависят от микрорельефа поверхности твердого тела и химической природы атомов на ней. Эти факторы определяют баланс процессов отражения и поглощения света объектом исследования. Техническим результатом предложенного изобретения является его способность определять точки фазовых переходов и кинетические параметры переходов при помощи компьютерного анализа спектров отражения. Этот результат достигается тем, что поверхность исследуемого тела фотографируется до и после внешнего физического воздействия, вызывающего фазовый переход. Получаемые изображения поверхности переводятся в цифровой код, вводятся в компьютер, где с них снимаются спектры яркости отражения от внешнего источника света, которые анализируются с помощью специальных компьютерных программ, разбивающих спектры на отдельные интервалы, характеризующих определенную интенсивность актов его рассеяния и поглощения. Эти интервалы спектра ранжируются по степени их яркости, позволяющей установить интервал с наибольшей отражающей или поглощающей способностью и получить соответствующие достоверные оценки их спектральной плотности яркости отражения. По ним строятся зависимости средних по выбранному интервалу спектральных плотностей яркости отражения от интенсивности внешнего воздействия. Согласно данным проведенных исследований точки перегибов и экстремумов построенной зависимости указывают на фазовые превращения.

Интегрально состояние поверхности можно охарактеризовать спектром яркости отражения от нее видимого света или его отдельных монохроматических составляющих, который можно изобразить в виде графика в координатах «спектральная плотность яркости отражения - яркость (интенсивность) отражения».

Корреляционный анализ зависимости спектральной плотности яркости отражения в заданном интервале яркостей от интенсивности внешнего воздействия позволяет выявить интервал, наиболее чувствительный к режиму изменения внешнего воздействия. Это дает возможность построить кинетическую кривую изменения спектральной плотности яркости отражения при выбранной интенсивности внешнего воздействия либо кривую зависимости спектральной плотности яркости отражения от интенсивности внешнего воздействия при его заданной продолжительности. Точки излома на этих кривых указывают на фазовые превращения, происходящие в исследуемом твердом теле, при заданных условиях, так как акты отражения световых волн от твердых тел реализуются при посредстве свободных электронов на их поверхности, а концентрация последних - напрямую от типа кристаллической решетки материала и электронной структуры его атомов. Проведенные эксперименты показали высокую чувствительность отражающей способности света к изменению параметров внешнего воздействия, хорошую воспроизводимость результатов их измерения, большую простоту и надежность по сравнению с другими методами физических измерений свойств, пригодных для определения точек и интервалов фазовых переходов (дилатометрия, электросопротивление, рентгеноструктурный анализ).

Предлагаемый способ фотометрической диагностики фазовых превращений заключается в анализе спектров яркости отражения света, падающего на исследуемую поверхность материала от внешнего источника до внешнего физического воздействия, вызывающего фазовые превращения в материале и после проведения каждого из его режимов. По результатам сканирования исследуемой поверхности образца, представленной в виде графика «спектральная плотность яркости отражения - соответствующая ей яркость отражения» с помощью корреляционного анализа отыскивается интервал яркостей, подверженный изменениям с наибольшим коэффициентом корреляции с изменяемым параметром режима внешнего воздействия (T_j) - температура или продолжительность отжига, пластическая деформация, напряженность магнитного поля и т.д.). Определяются средние значения относительной спектральной плотности яркости отражения в выбранном интервале яркостей $a_i(I)$ для всех уровней интенсивности внешних воздействий, которые были использованы в проведенной серии экспериментов. По полученным двум массивам данных $\{a_i(I)\}$ и $\{T_j\}$ строится зависимость $a_i(I)=f(T_j)$, по точкам изломов которой находятся значения параметров режимов внешнего воздействия, при которых происходят фазовые переходы. В качестве примера рассмотрим эволюцию структурных изменений в алюминиевом сплаве АК-8 при полчасовых изотермических отжигах в интервале температур 293-714, 3К.

На фиг.1 показано изображение поверхности образца исследуемого сплава при комнатной температуре (293 К), окрашенного в соответствии с результатами анализа спектра яркости отражения видимого света от внешнего источника (фиг.2).

На этом спектре выделены три интервала яркостей: 1 - (выделен черным цветом) - соответствует зоне спектра с повышенным поглощением видимого света от источника, которым освещается поверхность образца; 2 - (выделен белым цветом) - соответствует зоне спектра с повышенной яркостью отражения от поверхности

образца; 3 - (выделен серым цветом) - соответствует интервалу, окружающему зону максимума спектра яркости отражения. На фиг.3 показана поверхность того же сплава, но при температуре 714, 3К. В сравнении с фиг.1 можно видеть качественные изменения в исследуемом сплаве под воздействием отжига. Не менее заметные

5 изменения под влиянием отжига произошли в спектре яркости отражения (фиг.4). В частности, практически полностью исчез третий интервал спектра, тогда как в первом интервале спектральная плотность яркости отражения существенно возросла. На фиг.5 показаны температурные зависимости средних спектральных

10 плотностей отражения от поверхности исследуемого образца в интервалах 2 и 3 спектра яркости отражения. Можно видеть немонотонный характер этих зависимостей, что вносит неоднозначность в определение температур, при которых возможны фазовые превращения. В отличие от данных, показанных на рис.5, температурная зависимость спектральной плотности яркости отражения на первом

15 интервале носит монотонный характер, что предопределило более высокие значения коэффициентов корреляции между значениями температур отжига и соответствующими им приращениями спектральной плотности отражения. На фиг.6 показана температурная зависимость скорости изменения спектральной плотности

20 яркости отражения в первом интервале спектра для алюминиевого сплава АК-8. Из рисунка видно, что излом приведенной зависимости приходится на $T=714\text{K}$ и, следовательно, именно при этой температуре следует ожидать фазовое превращение. В качестве другого примера, иллюстрирующего рассматриваемый метод

25 определения критических температур фазовых переходов, можно привести температурную эволюцию структурного состояния наноструктурного сплава на основе системы Zr-Nb-Cu-Fe. При нагреве в результате диффузионных процессов в этом сплаве происходит переход из нанокристаллического состояния в поликристаллическое крупнозернистое состояние. На фиг.7 показана структура

30 сплава в исходном состоянии, а на фиг.8 - спектр яркости отражения видимого света от его поверхности при комнатной температуре. На фиг.9 и 10 показаны соответственно структура и спектр яркости отражения от поверхности исследованного сплава при $T=20^\circ\text{C}$ после отжига 360°C в течение 20 мин. Видно, что структурное состояние сплава претерпело существенные количественные и

35 качественные изменения в результате температурного воздействия. На фиг.11 показаны температурные зависимости средних спектральных плотностей яркости отражения от поверхности этого сплава при нагреве в интервале температур 20- 420°C . При температуре 380°C отчетливо видно резкое изменение наклона этих

40 зависимостей, что указывает на изменение фазового состояния сплава в окрестности этой температуры. Это заметно на обеих зависимостях, но более отчетливо фазовый переход выражен для зависимости, относящейся к интервалу спектра с повышенным поглощением.

45 Формула изобретения

Способ фотометрической диагностики фазовых превращений в твердых телах по данным анализа спектров отражения света от их поверхности, заключающий в том, что поверхность исследуемого твердого тела до и после внешнего физического

50 фотографического изображения снимаются спектры яркости отражения от них света от внешнего источника света, которые анализируются компьютерными программами, которые разбивают спектр яркости отражения на отдельные

интервалы, выбирают из них интервал, наиболее чувствительный к внешнему воздействию, вызывающему фазовое превращение, вычисляют значения спектральной плотности яркости отражения для заданных уровней интенсивности внешнего воздействия в выбранном интервале отражения и строят зависимости 5 спектральной плотности яркости отражения в функции интенсивности внешнего воздействия, отличающийся тем, что точки перегиба и экстремумы по найденной таким образом зависимости указывают на фазовые превращения и определяют условия их осуществления.

10

15

20

25

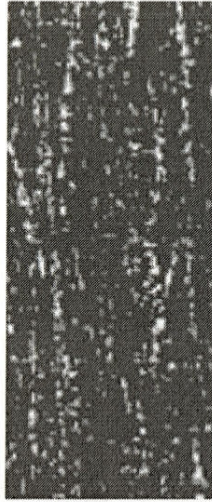
30

35

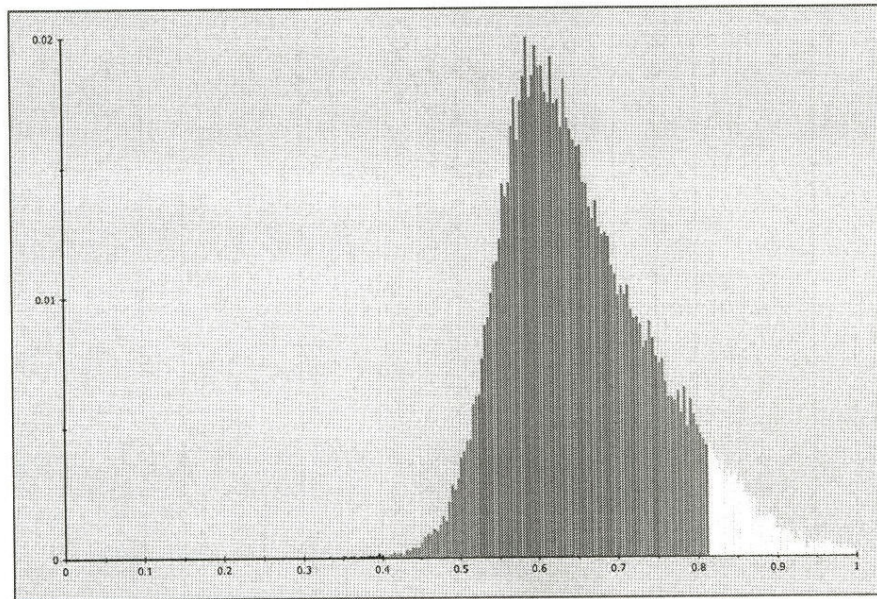
40

45

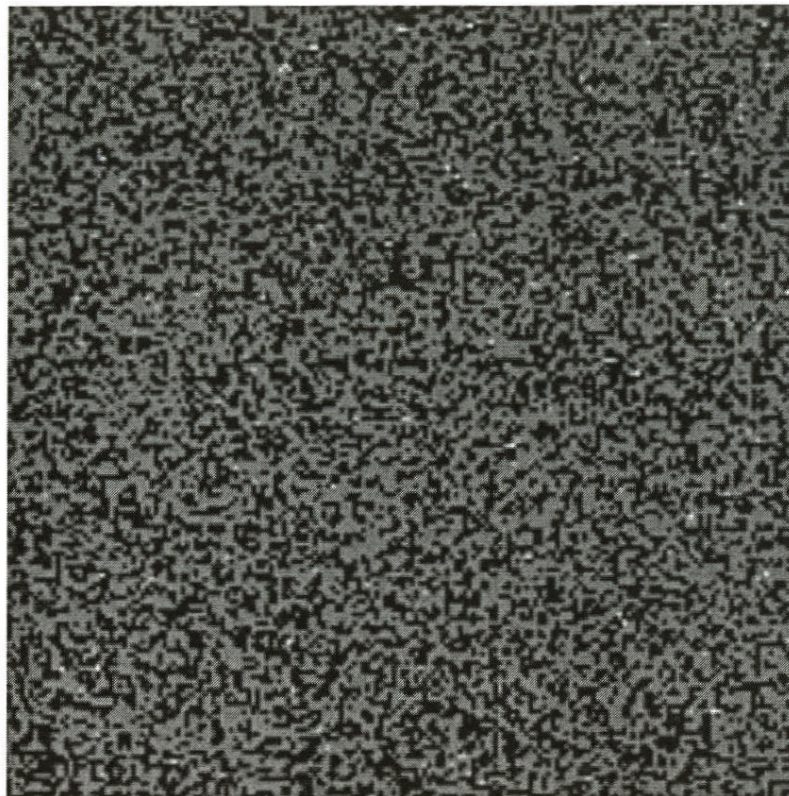
50



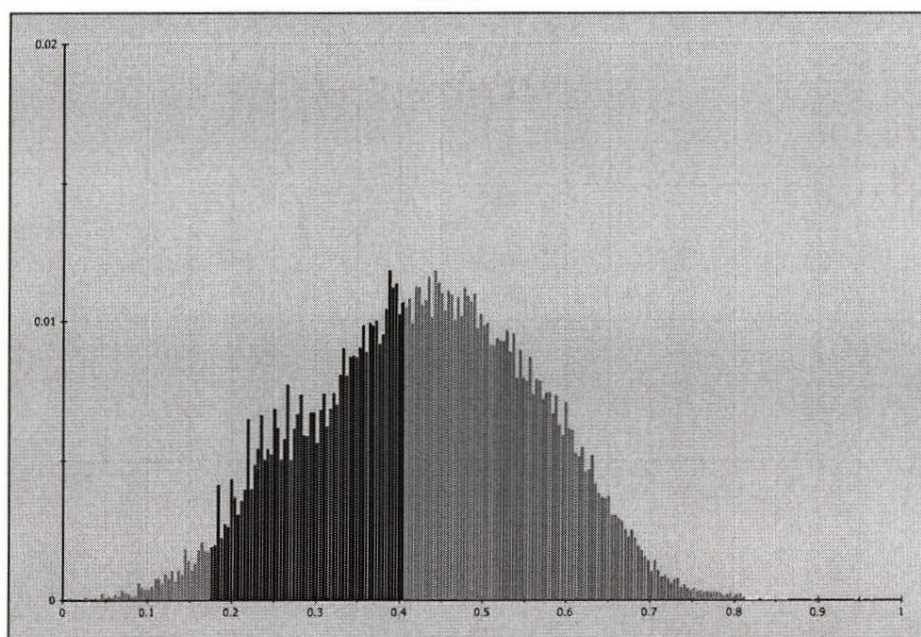
Фиг.1



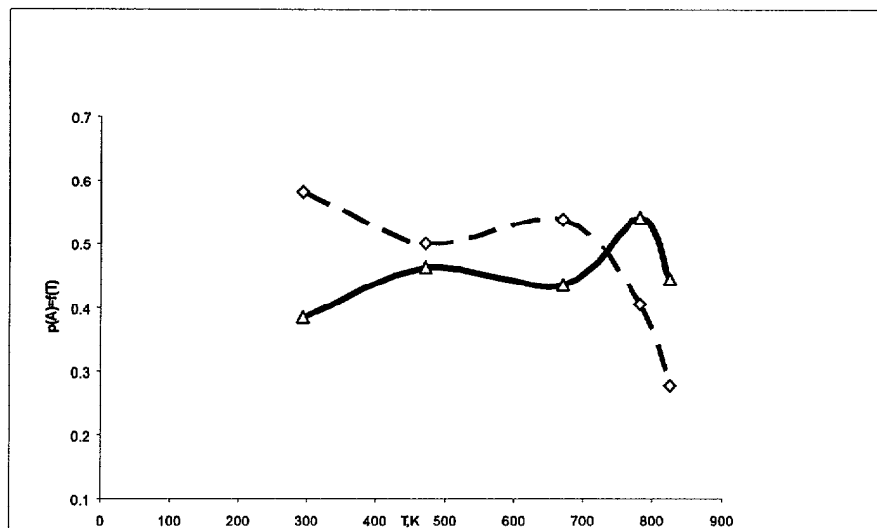
Фиг.2



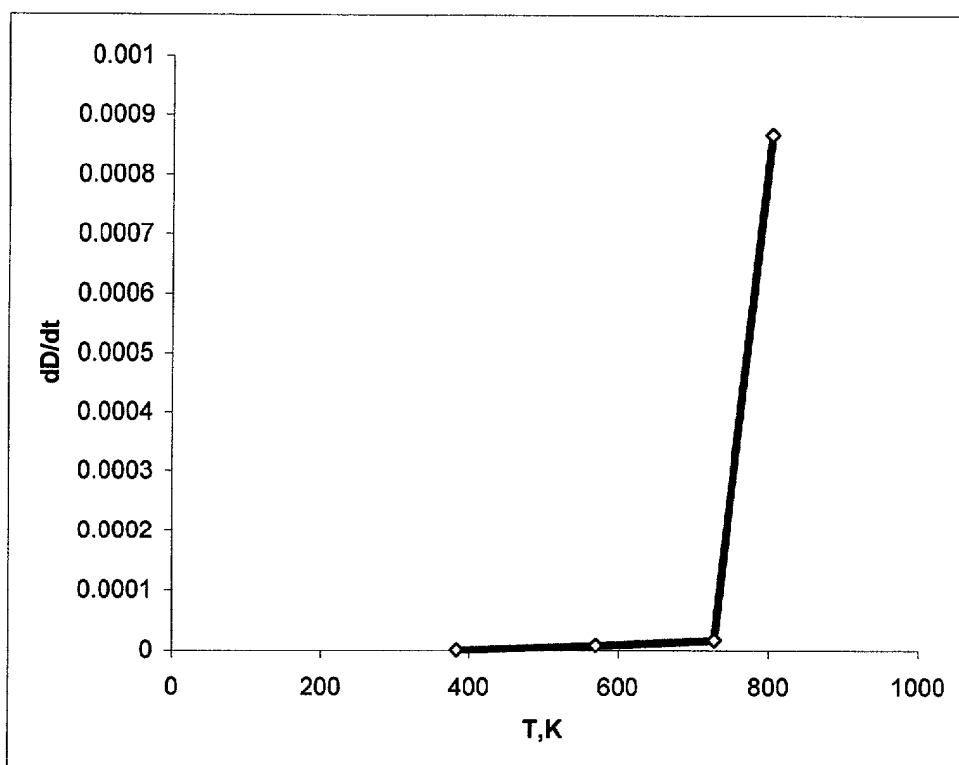
Фиг.3



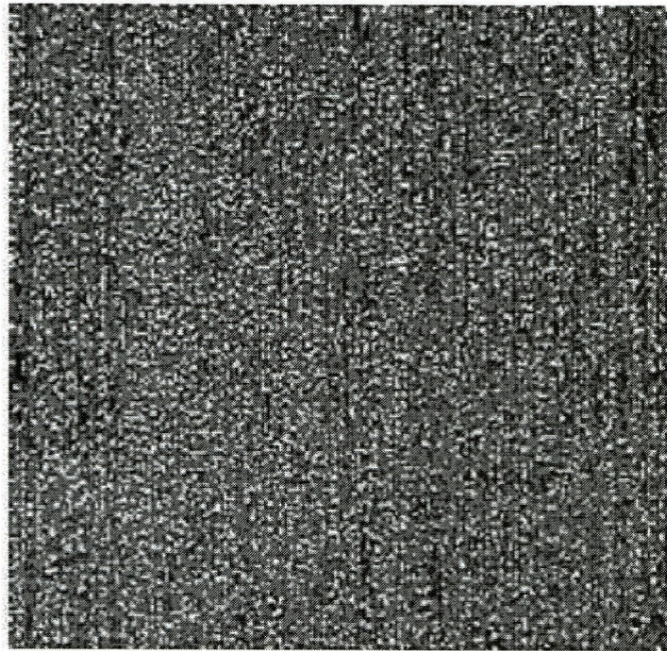
Фиг.4



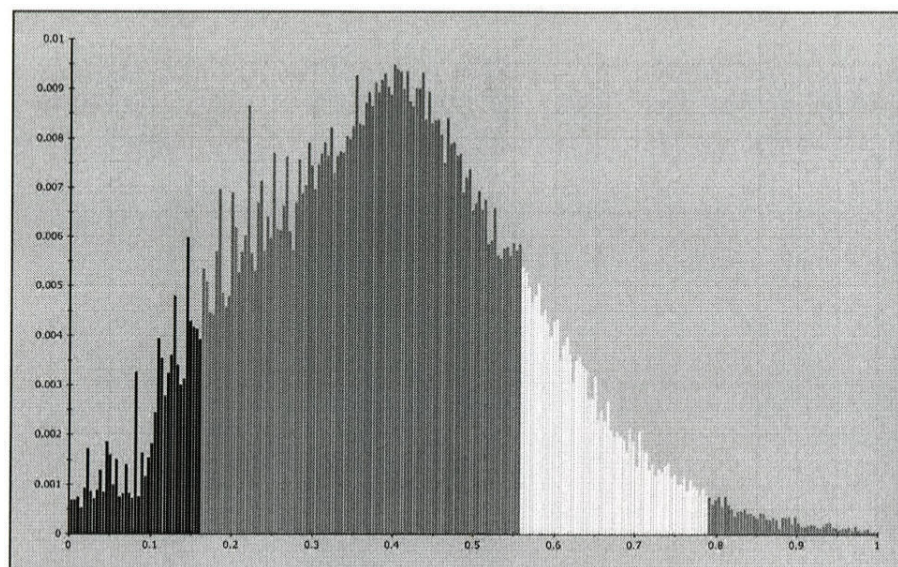
Фиг.5



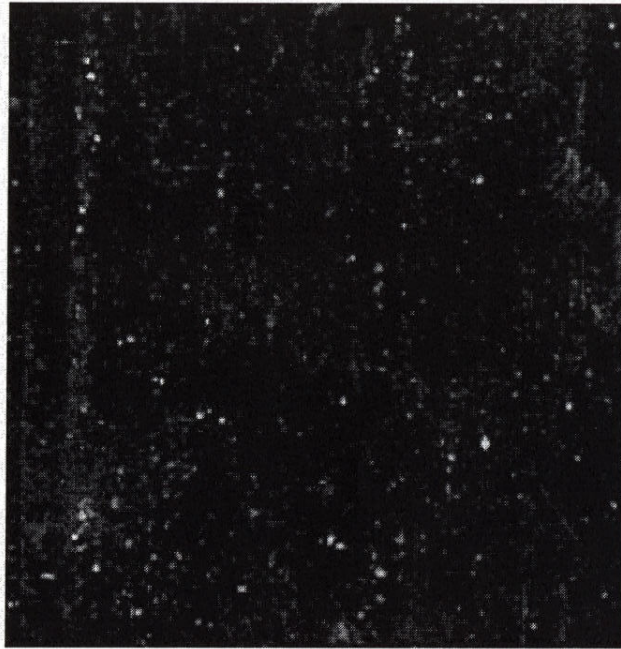
Фиг.6



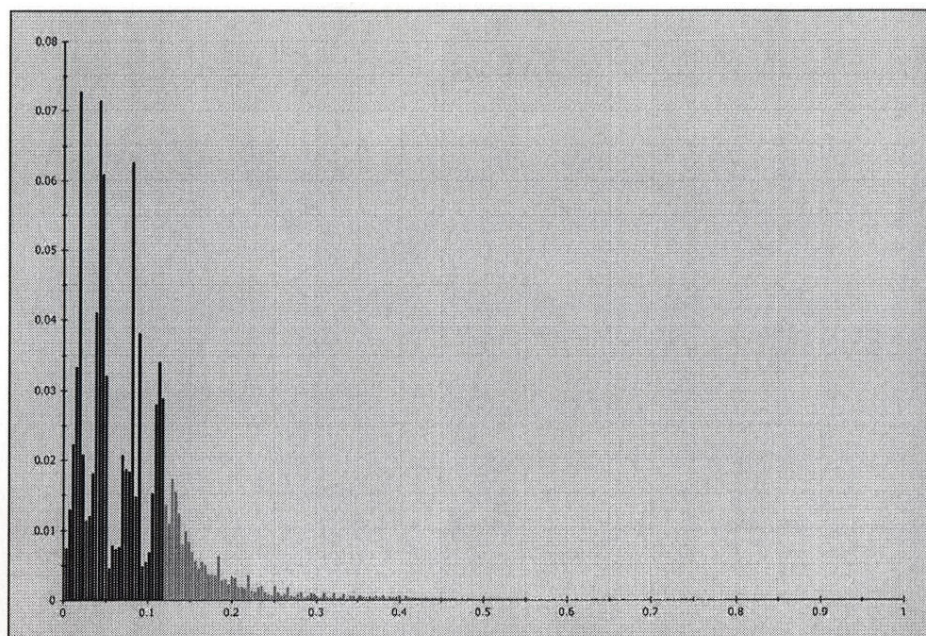
Фиг.7



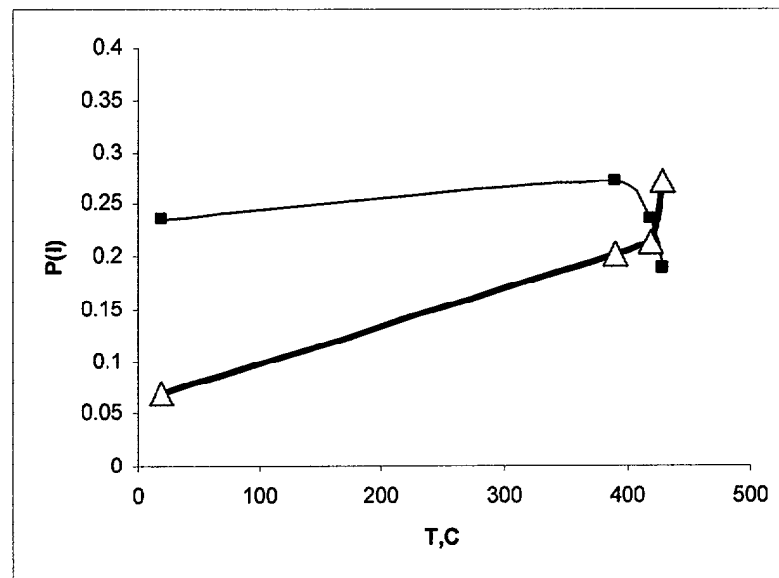
Фиг.8



Фиг.9



Фиг. 10



Фиг. 11