

## Содержание

1. Цель работы .....	4
2. Теоретическая часть .....	4
2.1. Задачи микроструктурного анализа .....	4
2.2. Изготовление образцов для микроструктурного анализа ....	4
2.3. Металлографический микроскоп .....	7
2.4. Основные характеристики микроструктуры .....	8
2.5. Способы анализа микроструктуры .....	11
3. Задание и порядок выполнения работы .....	14
4. Содержание отчета .....	14
5. Контрольные вопросы .....	15
6. Библиографический список .....	15

## МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ

### 1. Цель работы

1.1. Ознакомление с методом микроструктурного анализа.

1.2. Ознакомление с устройством металлографического микроскопа.

1.3. Приобретение навыков качественного, полуколичественного и количественного анализа микроструктуры металлов и сплавов.

### 2. Теоретическая часть

#### 2.1. Задачи микроструктурного анализа

Прежде, чем металл станет деталью машины, он подвергается различным видам обработки, под воздействием которых формируется его структура. Структура определяет свойства материала и качество изделия. Для того, чтобы определить строение материала, установить, какие изменения вносит в его структуру та или иная обработка, проводят ее исследование.

Микроструктура – строение, наблюдаемое с помощью микроскопа при увеличении более чем в 50 раз. Микроструктурный анализ проводят на специальных образцах – *микрошлифах*.

#### 2.2. Изготовление образцов для микроструктурного анализа.

Изготовление образцов (микрошлифов) обычно состоит из четырех основных операций:

- 1) *вырезка образца;*
- 2) *шлифовка;*
- 3) *полировка;*
- 4) *травление.*

Образец небольшого размера (обычно в виде цилиндра диаметром 15-20 мм или четырехгранника размерами 15x15x20 мм) чаще всего отбирают от большого объема материала. Место вырезки зависит от задач исследования (в ряде случаев порядок и место вырезки строго

регламентируются ГОСТами). **Вырезку** производят пилой, абразивным кругом, на металлорежущих и электроискровых станках. Поверхность образца, выбранную для исследования, делают плоской, для чего его подвергают торцовке напильником, наждачным (шлифовальным) кругом, на токарном или фрезерном станке.

**Шлифовку** осуществляют последовательным переходом на все более и более мелкозернистую шлифовальную бумагу (ткань) с нанесенным на нее абразивным материалом (карбид кремния SiC, или окись алюминия Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, или наждак Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 25–45% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). Шлифование производят механическим способом (на станках) или вручную. Для того, чтобы гарантировать полное исчезновение шлифовальных царапин, нанесенных предыдущей (более крупнозернистой) шлифовальной бумагой, направление шлифования должно изменяться на 90° при переходе к шлифовальной бумаге с более мелким абразивным зерном. После шлифования образец тщательно промывают водой для удаления остатков абразива и других загрязнений.

**Полировка** является конечной ступенью подготовки поверхности шлифа. Поверхность должна быть плоской, зеркальной, свободной от царапин. Способы полировки основаны на механическом или электрохимическом (или их комбинации) удалении материала. Механическое полирование производят на полировальном станке, диск которого обтянут тканью (фетром, бархатом, тонким сукном). На ткань наносят пасту ГОИ с керосином или периодически поливают суспензией, содержащей мелкие абразивные частицы (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) размером до 0,25 мкм. На качественном микрошлифе при наблюдении под микроскопом должны отсутствовать риски, царапины, вырывы. Микрошлиф после полировки промывают водой и спиртом, просушивают сжатым воздухом или фильтровальной бумагой. Затем его исследуют под микроскопом при небольшом увеличении для контроля качества изготовления.

Для выявления структуры микрошлифы подвергают **травлению**. В качестве травителя чаще всего применяют слабые спиртовые или водные растворы кислот или щелочей, а также смеси кислот. Обычно металлы или сплавы – поликристаллические тела, т.е. состоят из большого числа различно ориентированных кристаллитов или зерен. На границе зерен (даже чистейших металлов) обычно располагаются различные примеси. Кроме того, границы зерен имеют более искаженное кристаллическое строение, чем сами зерна. Вследствие этого

границы зерен имеют более низкий электрохимический потенциал и растворяются быстрее, чем тело зерна. На поверхности микрошлифа появляется микрорельеф, который при рассмотрении через оптический микроскоп создает различные сочетания света и тени (рис.1).

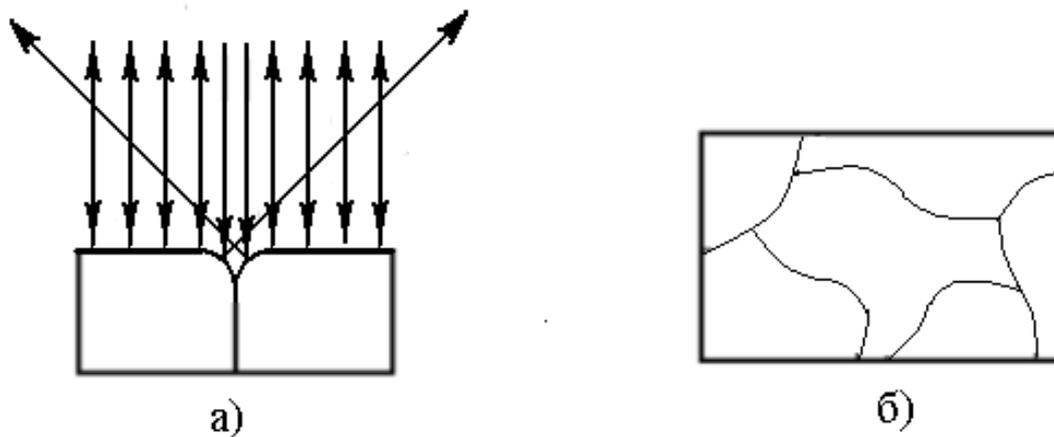


Рис.1. Схема выявления границ зерен при травлении и сетка границ, видимая под микроскопом:

- а) схема образования контраста на границе зерен;
- б) сетка границ зерен, видимая под микроскопом.

Если в сплаве имеются несколько структурных составляющих, имеющих разный электрохимический потенциал, то под действием травителя происходит избирательное растворение составляющих. Это также приведет к образованию микрорельефа и, соответственно, к созданию оптического контраста (рис.2).

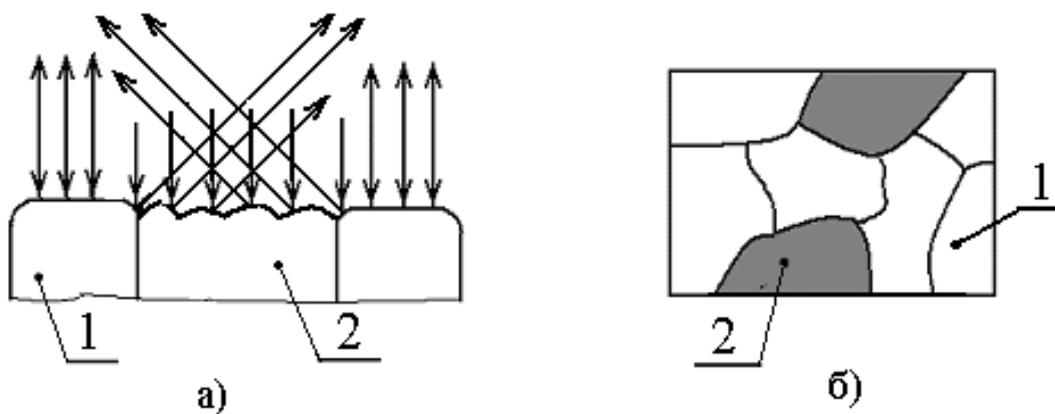


Рис.2. Схема образования рельефа при травлении сплава с двумя структурными составляющими

- а) схема образования контраста при наличии двух структурных составляющих;
- б) структурные составляющие, видимые в микроскоп:

1 – первая структурная составляющая; 2 – вторая структурная составляющая.

### 2.3. Металлографический микроскоп

Для микроструктурного анализа применяют специальные металлографические микроскопы, позволяющие рассматривать непрозрачные объекты в отраженном свете. Строение металла, наблюдаемое в металлографическом микроскопе, представляет собой изображение очень малого участка поверхности микрошлифа. В современной технике микроструктурного анализа применяют широкий набор металлографических микроскопов различных типов. Все они являются оптическими микроскопами (для исследования используется световой поток) и, несмотря на разнообразие типов, схемы хода лучей света и получения изображения у всех практически одинаковы (рис.3).

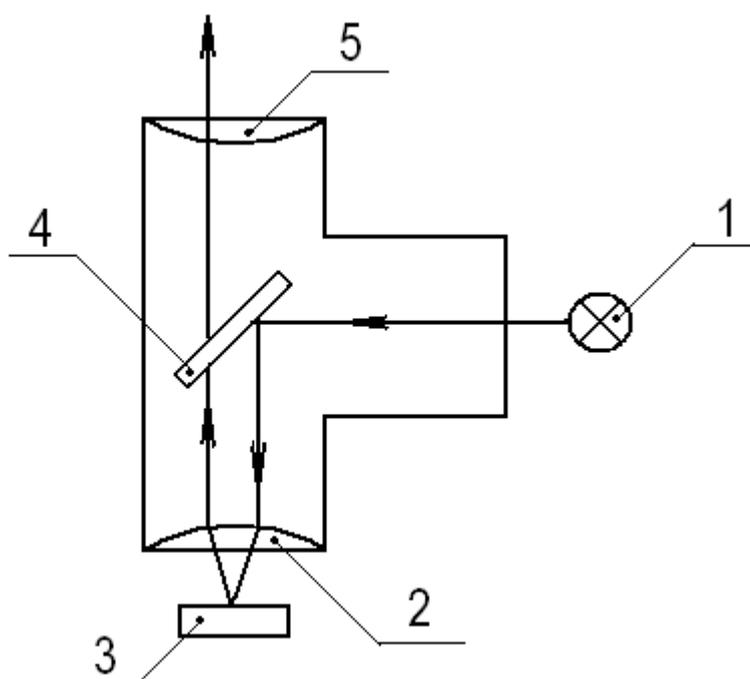


Рис.2. Схема хода лучей в металлографическом микроскопе

1 – источник света; 2 – объектив; 3 – объект; 4 – полупрозрачная стеклянная пластинка; 5 – окуляр.

Исследуемая поверхность шлифа является частью оптической системы микроскопа.

Максимальное полезное увеличение микроскопа  $M_{\max}$  зависит от разрешающей способности глаза и микроскопа. Под разрешающей

способностью понимают минимальное расстояние между двумя точками, при котором они еще видны раздельно.

$$M_{\max} = \frac{d_1}{d},$$

где  $d_1$  – максимальная разрешающая способность человеческого глаза, равная 0,3 мм;  $d$  – максимальная разрешающая способность оптического прибора.

Разрешающая способность оптического микроскопа зависит от длины волны видимого света и определяется из условий дифракции согласно уравнению

$$d = \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \frac{\alpha}{2}},$$

где  $\lambda$  – длина волны видимого света, равная  $6 \cdot 10^{-7}$  м;

$n$  – коэффициент преломления (для воздуха  $n = 1$ )

$\frac{\alpha}{2}$  – половина угла раскрытия входящего светового потока

(предельная величина угла  $90^\circ$ , следовательно,  $\sin \frac{\alpha}{2} = 1$ ).

Отсюда максимальная разрешающая способность микроскопа

$$d = \frac{6 \cdot 10^{-7}}{2 \cdot 1 \cdot 1} = 3 \cdot 10^{-7} \text{ м},$$

а максимальное полезное увеличение микроскопа

$$M_{\max} = \frac{d_1}{d} = \frac{3 \cdot 10^{-4}}{3 \cdot 10^{-7}} = 1000 \text{ раз}$$

при работе в воздушной среде.

Знакомство с конструкцией конкретного микроскопа и работой на нем осуществляется на лабораторном занятии.

## 2.4. Основные характеристики микроструктуры

Микроструктуру образуют фазы и структурные составляющие. **Фазой** называется совокупность однородных частей сплава, одинаковых по составу, строению, свойствам, и отделенных от других частей поверхностью раздела. **Структурная составляющая** – это часть сплава, отличающаяся от других частей фазовым составом и характерным строением. Структурные составляющие могут быть однофазными и многофазными.

При анализе структуры определяют следующие характеристики:

- 1) фазовый состав (природу фаз);
- 2) форму частиц отдельных фаз;
- 3) взаимное расположение фаз и структурных составляющих по отношению друг к другу;
- 4) количественное соотношение фаз и структурных составляющих.

Сплавы могут быть однофазными, двухфазными и многофазными. В однофазных сплавах (сплавы – твердые растворы) структура состоит из зерен одной фазы (рис. 4,а). Эта фаза одновременно является и структурной составляющей.

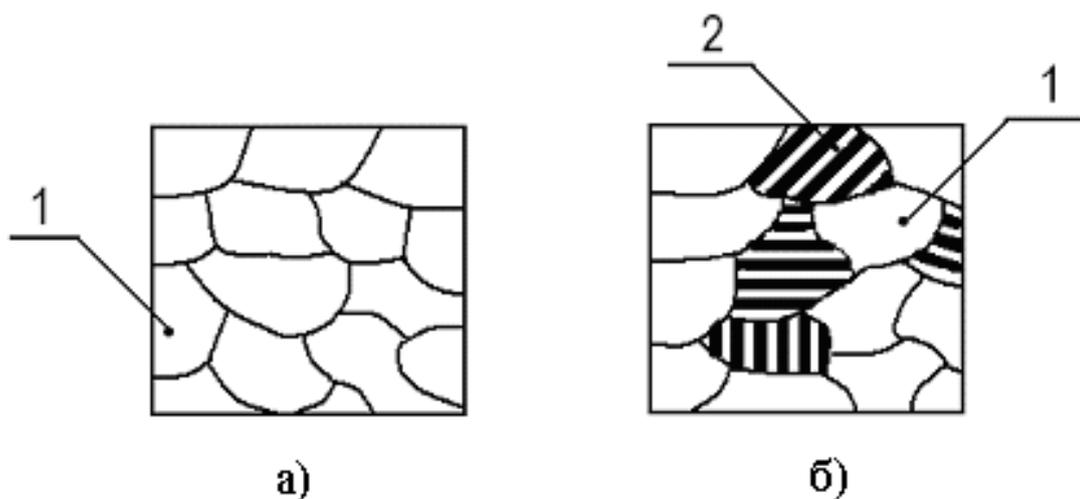


Рис. 4. Схемы микроструктур с однофазными и двухфазными структурными составляющими.

- а) сплав с одной структурной составляющей;
- б) сплав с двумя составляющими.

1 – однофазная структурная составляющая; 2 – сплав с двумя структурными составляющими.

В двухфазных (многофазных) сплавах образуются две или более структурные составляющие, каждая из которых может быть однофазной или представлять собой смесь фаз (рис. 4,б).

Размеры и форма частиц формируются в процессе кристаллизации и последующей обработки сплава и могут существенно различаться. По форме и размерам частиц фаз можно выделить три основные группы – *вытянутые*, *пластинчатые* и *равноосные*.

*Вытянутые* частицы имеют преобладающий размер в одном направлении, который значительно превышает размеры частиц в других направлениях, и могут быть игольчатыми, стержневыми, волокнистыми и т. п.

Если эти частицы ориентированы в пространстве случайно, то в сечении шлифа они будут видны как равноосные или овальные,

слегка вытянутые образования небольших размеров. Если же они ориентированы взаимно параллельно, то на поверхности шлифа, параллельной направлению ориентации частиц, будет видна их вытянутая форма.

**Пластинчатые** (или линзоподобные) частицы имеют в двух измерениях размеры, значительно превышающие размер в третьем измерении, поэтому в плоскости шлифа видны как тонкие полоски или линии.

**Равноосные** частицы обладают примерно одинаковыми размерами во всех измерениях, что находит свое отражение в их сечениях плоскостью шлифа. На плоскости шлифа они выглядят в виде фигур, размеры которых во взаимно перпендикулярных направлениях примерно одинаковы.

Структура в общем случае состоит из разнообразных частиц, имеющих различную форму, размеры и взаимное расположение.

По взаимному расположению фаз и структурных составляющих все виды структур можно разделить на несколько групп (рис.5).

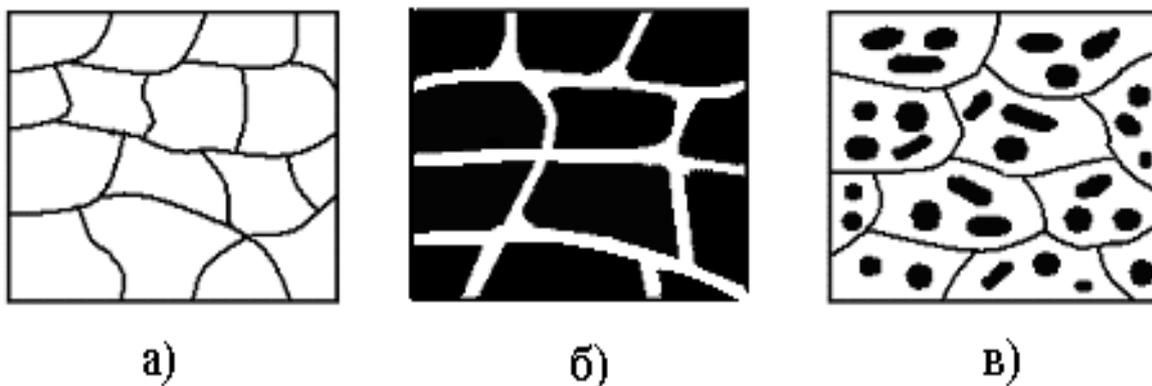


Рис.5. Схемы различных структур:

а) однофазная зернистая структура; б) оболочковая структура; в) матричная структура.

**Однофазную зернистую структуру** (см. рис.5, а) имеют чистые металлы и сплавы – твердые растворы. Другие типы структур образуются в многофазных сплавах.

**Оболочковой** называется структура, когда одна фаза (или структурная составляющая) образует оболочку вокруг зерен другой фазы (или структурной составляющей). Под микроскопом такая структура видна в виде сетки ( рис. 5, б).

**Матричной** называют структуру, в которой основная фаза (матрица) имеет непрерывную сетку границ. В сплаве с такой структурой могут содержаться и частицы избыточных фаз (рис.5, в).

## 2.5. Способы анализа микроструктуры

Микроструктуру можно оценить **качественно** (описательно), **полуколичественно** или **количественно**.

2.5.1. При проведении **качественного** анализа описывается количество фаз или структурных составляющих, их форма, размер и взаимное расположение, наличие включений, пор, трещин и т.д.

2.5.2. **Полуколичественный** анализ заключается в визуальном сравнении наблюдаемой под микроскопом микроструктуры с набором фотографий стандартных структур. Этот способ микроструктурного анализа используется для оценки таких характеристик структуры, как, например, содержание неметаллических включений в стали, размер зерна и др.

Величину зерна методом сравнения определяют при увеличении  $100^X$ . Допускается применение увеличения  $90 - 100^X$ . После просмотра всей площади шлифа выбирают несколько типичных мест и сравнивают с эталонами, приведенными в шкалах. Сравнение можно проводить, наблюдая изображение в окуляре микроскопа, на матовом стекле или фотоснимке. Шкалы размеров зерен представлены десятью основными эталонами. Эталоны составлены так, что при увеличении  $100^X$  номера зерен  $G$  соответствуют числовым показателям величины зерна по уравнению

$$m = 8 \cdot 2^G, \quad (2.5)$$

где  $m$  – количество зерен на  $1 \text{ мм}^2$  площади шлифа.

Если размер зерна в образце выходит за пределы эталонов шкал с номерами 1-10, пользуются другими увеличениями и используют эталонные структуры от 0 до -3 или от 11 до 14. Для перевода номера эталона при увеличении  $100^X$  к эталону других увеличений пользуются специальной переводной таблицей (см. табл.) или дополнительными шкалами.

## Перевод номера зерна

Увели- чение	Номер зерна при 100 <sup>x</sup>																	
	-3	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
25 <sup>x</sup>	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	-	-	-	-	-	-	-	-
50 <sup>x</sup>	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	-	-	-	-	-	-
200 <sup>x</sup>	-	-	-	-	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	-	-
400 <sup>x</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
800 <sup>x</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	2	3	4	5	6	7	8

**2.5.3. Количественный** микроструктурный анализ используется в тех случаях, когда необходимо установить размер зерна, определить относительное содержание фаз или структурных составляющих, и в других случаях, требующих установления каких-то точных количественных соотношений. Принципы количественного микроструктурного анализа будут рассмотрены применительно к решению задач:

- 1) определения размера зерен;
- 2) определения относительного содержания фаз (структурных составляющих).

2.5.3.1. При определении размера равноосных зерен используют методы подсчета зерен и пересечений границ зерен.

Метод подсчета пересечений границ зерен состоит в подсчете зерен, пересеченных отрезком прямой, и определении среднего условного диаметра. Подсчет пересечений зерен проводят на матовом стекле микроскопа или микрофотографиях, на которых проводят несколько отрезков произвольной длины. Длину отрезков выбирают с таким расчетом, чтобы каждый из них пересекал не менее 10 зерен, при этом увеличение подбирают так, чтобы на исследуемой поверхности было не менее 50 зерен. Подсчитывают точки пересечений отрезков прямых линий с границами зерен. Определяют суммарную длину отрезков  $L$ , выраженную в миллиметрах натуральной величины на шлифе, и суммарное число пересеченных зерен  $N$ . Средний условный диаметр зерна ( $d_L$ ) в мм вычисляют по формуле

$$d_L = \frac{L}{N}, \quad (2.6)$$

где  $L$  – суммарная длина отрезков, мм;

$N$  – общее число зерен, пересеченных отрезками.

2.5.3.2. Наиболее простым методом определения относительного содержания фаз (или структурных составляющих) является **точечный**. Этот метод основан на том, что доля беспорядочно нанесенных на микрофотографию точек, попадающих на изображения исследуемой фазы (или структурной составляющей), равна объемной доле (или доле площади) этой фазы. На практике неудобно иметь дело с беспорядочным набором точек, поэтому обычно используется упорядоченная система точек. При этом предполагается, что микроструктурные составляющие распределены хаотически. В качестве упорядоченной системы точек используют ортогональную сетку, нанесенную на прозрачную пленку, которая накладывается на изображение исследуемой структуры (рис.6).

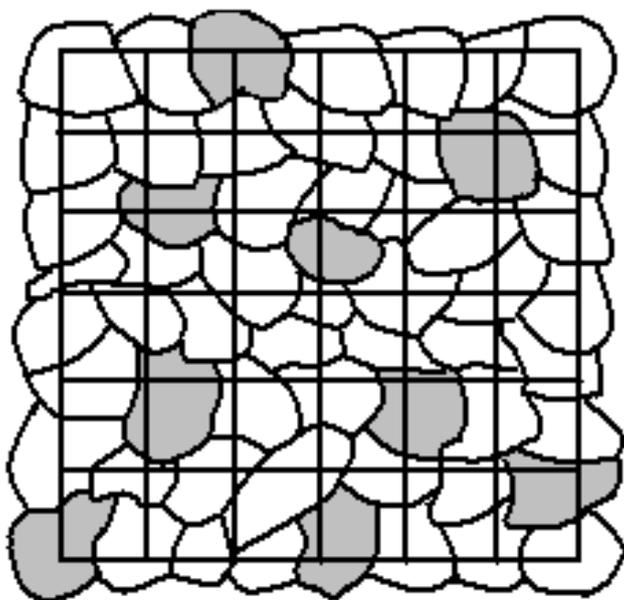


Рис.6. Схема определения доли структуры

1) структурная составляющая  $\alpha$

2) структурная составляющая  $\beta$ .

Доля  $P_\alpha$  структурной составляющей  $\alpha$  определяется из выражения

$$P_\alpha = \frac{n_\alpha}{n}, \quad (2.7)$$

где  $n_\alpha$  – число точек, попавших на участки структурной составляющей  $\alpha$  ;

$n$  – общее число точек, наложенных на изображение исследуемой структуры.

### 3. Задание и порядок выполнения работы

1. Ознакомиться со способами изготовления микрошлифов и изготовить микрошлиф технического железа.

2. Ознакомиться с устройством металлографического микроскопа и освоить работу на нем.

3. Определить на нетравленном микрошлифе с помощью стандартных шкал тип и балл неметаллических включений.

4. Протравить микрошлиф 5 %-ным раствором азотной кислоты в спирте и схематично зарисовать его микроструктуру; сравнением со стандартной шкалой размеров зерен определить балл (номер) зерна.

5. Зарисовать схематично микроструктуру стали 20, содержащую две структурные составляющие.

6. По микрофотографии технического железа методом случайных секущих определить средний размер зерна; оценить точность измерения среднего размера зерна.

7. По микрофотографии структуры стали 20 точечным методом определить относительную долю структурных составляющих.

### 4. Содержание отчета

Отчет по работе должен содержать:

1) название работы;

2) цель работы;

3) определение микроструктурного анализа;

4) схему хода лучей в металлографическом микроскопе;

5) краткое описание методов качественного и количественного микроструктурного анализа;

6) схематическую зарисовку и описание микроструктуры технического железа до травления и после травления; схему микроструктуры стали 20.

**Примечание.** Микроструктуры зарисовать карандашом в квадрате размером 30x30мм. На зарисовках микроструктур указать все элементы структуры – неметаллические включения, границы зерен, отдельные структурные составляющие;

7) расчеты среднего размера зерна и ошибки измерения; расчеты объемных долей структурных составляющих;

- 8) выводы по работе (оценить возможности микроструктурного анализа);
- 9) ответы на контрольные вопросы.

## **5. Контрольные вопросы**

1. Почему после травления выявляются границы зерен?
2. В каких металлах границы зерен выявляются более контрастно: в чистых или загрязненных? Почему?

## **6. Библиографический список**

1. !. Арзамасов Б.Н. и др. Материаловедение. - М: Изд-во МГТУ им. Н.Э.Баумана, 2004.- 648с.
2. Солнцев Ю. П., Пряхин Е. И. Материаловедение. – СПб.: ХИМИЗДАТ, 2004. – 736 с.