

## Лабораторная работа

### МИКРОСТРУКТУРНЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

#### *Цель работы:*

- 1) изучить микроструктурный метод исследования металлов;
- 2) изучить устройство металлографического микроскопа;
- 3) ознакомиться с процессом приготовления микрошлифов;
- 4) провести микроанализ сплава и определить марку стали.

*Студент должен знать* сущность микроструктурного метода исследования металлов, устройство металлографического микроскопа, методику приготовления микрошлифов.

*Студент должен уметь* готовить микрошлифы для проведения микроанализа, пользоваться металлографическим микроскопом, определять марку стали по микроструктуре.

#### Общие сведения

При изготовлении современной техники в большинстве случаев применяются не простые металлы, состоящие из одного элемента, а сплавы, т.к. они обладают лучшими свойствами. Наибольшее применение в сельскохозяйственном машиностроении находят железоуглеродистые сплавы (*стали и чугуны*), свойства которых зависят от многих факторов: химического состава, способа выплавки, скорости охлаждения, наличия неметаллических включений и т.д. Различие свойств определяется их внутренним строением – *структурой*. Для изучения строения металлов и сплавов используют различные методы: макроанализ, микроанализ, рентгеноструктурный анализ и др.

**Макроанализ.** Макроскопический анализ заключается в изучении строения сплавов невооруженным глазом или с помощью небольших увеличений (до 30 раз) с помощью лупы. Строение металлов и сплавов, определяемое этим методом, называется *макроструктурой*.

Макроскопический анализ позволяет установить:

– строение металла или сплава в литых деталях или слитках, наличие и характер распределение зон кристаллизации, усадочных раковин, пористости, трещин и т.д.;

- химическую неоднородность металла или сплава, получаемую в процессе кристаллизации;
- неоднородность состава и структуры металла или сплава, созданной термической или химико-термической обработками;
- строение металла после горячей обработки давлением (проката, штамповки,ковки и т.д.);
- характер излома металла или сплава.

**Микроанализ.** Микроструктурный анализ заключается в исследовании *микроструктуры* материалов при больших увеличениях (в 60–50000 раз) с помощью металлографических и электронных микроскопов.

В настоящее время используются несколько марок металлографических оптических микроскопов: МИМ-7, ММП-4, ММУ-3, МИМ-8М, Neophot-21 и др. Все микроскопы для микроструктурного анализа сконструированы по одному базовому принципу: освещение объекта и изучение его в отраженном свете.

На электронных микроскопах изучают очень тонкие слепки или реплики (фольги) со снятыми отпечатками микрорельефного строения приготовленных микрошлифов.

**Рентгеноструктурным** анализом называется исследование внутреннего строения металлов или сплавов с помощью рентгеновских лучей на специальных установках. Этот вид анализа основан на дифракции рентгеновских лучей рядами атомов в кристаллической решетке. Рассеянные рентгеновские лучи фиксируются на фотопленке или фотопластинке в виде пятен или колец. По характеру расположения этих колец определяются параметры и тип кристаллической решетки, а также степень ее искаженности и величина внутренних напряжений. Выявленное с помощью рентгеновских лучей строение металлов называется *рентгеноструктурой*.

На практике наиболее часто используется микроструктурный метод исследования металлов.

#### Методика приготовления микрошлифа

Для микроструктурного метода необходимо приготовить специальный микрошлиф исследуемого образца. *Микрошлифом* называется образец металла, поверхность которого специально подготовлена для микроанализа. Подготовка микрошлифа состоит в получении плоского среза в нужном месте поверхности образца металла и последующего шлифования, полирования и травления этой поверх-

ности с целью выявления структуры. Заготовку для микрошлифа опиливают напильником или обдирают на наждачном круге.

**Шлифовка** ведется до исчезновения рисок от предыдущей обработки. Для этого, при переходе на шлифовальную шкурку с меньшим номером зерна, образец поворачивают на 90°. Тонкая шлифовка ведется в два перехода последовательно на микрошкурках M28–M20 и M14–M10, при этом образец слегка прижимается к кругу. Полировка производится на вращающемся фетровом круге. Поверхность фетра периодически смачивается суспензией абразива. В качестве абразива используется оксид хрома, оксид алюминия или магния. **Полировка** ведется до исчезновения рисок, видимых под микроскопом при увеличении в 100 раз. После полировки микрошлиф промывается в струе проточной воды, обезжиривается спиртом (смачиванием поверхности микрошлифа тампоном). Промытый и обезжиренный микрошлиф сушится фильтровальной бумагой. После промывки и сушки поверхность микрошлифа должна быть идеально чистой, без признаков загрязнения и следов влаги.

Травление микрошлифов сталей и чугунов производится 4 %-ым раствором азотной кислоты в спирте окунанием или смачиванием тампоном. Длительность травления от 5 до 30 с. После травления производится промывка спиртом, а затем сушка фильтровальной бумагой. Контроль производится визуально – до равномерного потускнения поверхности. Микрошлиф рассматривается под микроскопом дважды: до травления и после травления.

При рассмотрении микрошлифа, приготовленного из доэвтектоидной стали, после полирования (до травления) под микроскопом виден светлый круг, на котором иногда заметны темные участки (серые или черные). Эти участки являются неметаллическими включениями в виде шлаков, оксидов, сульфидов и т.д. Если микрошлиф был приготовлен некачественно, то могут быть заметны царапины и другие дефекты обработки.

При рассмотрении микрошлифа, приготовленного из доэвтектоидной стали после травления, выявляется его структура, которая имеет зернистое строение. При этом зерна имеют различную видимость.

Однофазные структурные составляющие (чистые металлы, твердые растворы, химические соединения) будут выглядеть светлыми. Это объясняется равномерным воздействием травителя на все зерна. Следовательно, луч света, падающий на такое зерно, будет отражаться от его поверхности, проходить в объектив и давать светлое отраженное изображение. Границы между однородными и не-

однородными зернами имеют повышенное содержание примесей и травятся (растворяются) быстрее, вследствие чего образуются углубления (канавки). Свет, падающий на них, будет частично рассеиваться, и в результате они будут выглядеть более темными (рисунок 3.1).

В зернах, состоящих из неоднородных составляющих (двух или более фаз, например, механические смеси: перлит, ледебурит и т.п.), каждая составляющая при воздействии травителя будет протравливаться на различную глубину. В результате на поверхности таких зерен будет образовываться микрорельеф. Свет, падающий на поверхность протравленного неоднородного зерна, рассеивается и попадает в объектив микроскопа в меньшем количестве, чем и объясняется его темный цвет (рисунок 3.2).

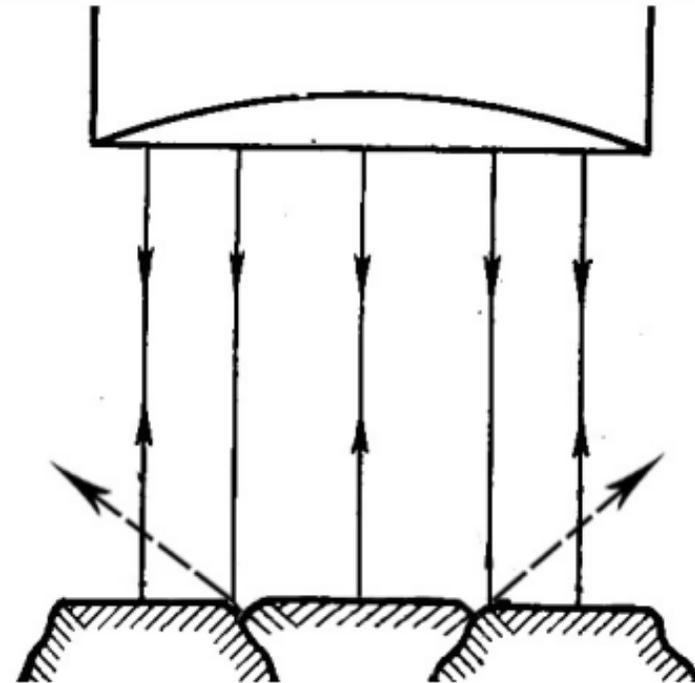


Рисунок 3.1. Схема отражения лучей от полированной и протравленной поверхности микрошлифа, состоящего из однородных структурных составляющих

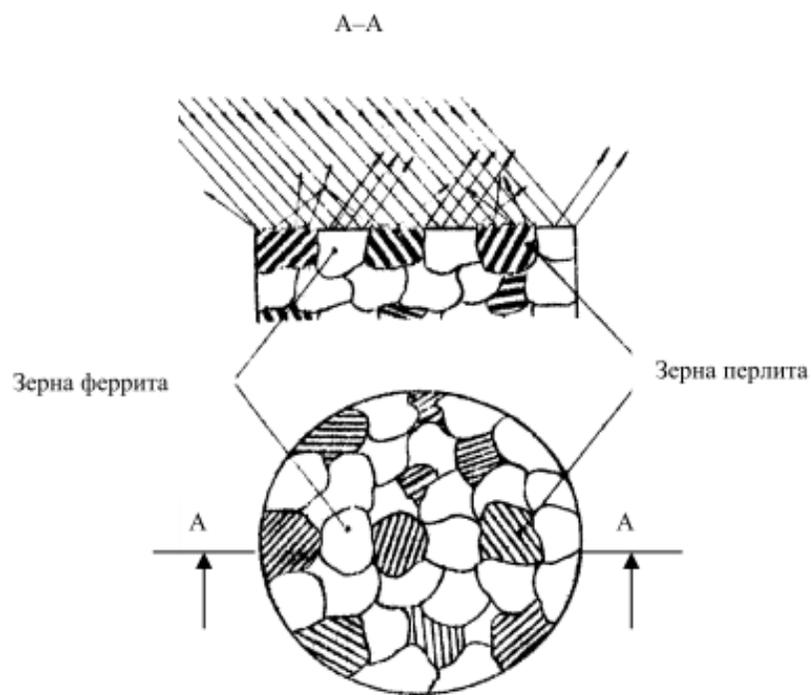


Рисунок 3.2. Схема отражения лучей от полированной и протравленной поверхности микрошлифа, состоящего из неоднородных структурных составляющих

### Характеристики металлографического микроскопа

Металлографические микроскопы предназначены для визуального наблюдения и фотографирования непрозрачных объектов в светлом поле при прямом освещении, в темном поле при косом освещении и поляризованном свете с увеличением 60–1500 раз. Микроскоп позволяет применять иммерсионные объективы, обладающие более высокой разрешающей способностью. Основными характеристиками микроскопа являются его общее и полезное увеличение, а также разрешающая способность.

**Разрешающая способность** микроскопа характеризуется минимальным расстоянием между двумя точками, при котором они различаются раздельно. Это расстояние может быть определено по формуле:

$$d = \frac{\lambda}{A}, \quad (1)$$

где  $d$  – разрешающая способность, мкм;  
 $\lambda$  – длина световой волны в ангстремах, для белого света 0,6 мкм;  
 $A$  – числовая апертура объектива.

Числовая апертура объектива определяется уравнением:

$$A = h \cdot \sin \frac{\alpha}{2}, \quad (2)$$

где  $h$  – коэффициент преломления среды между исследуемым предметом и объективом;  
 $\alpha$  – отверстиеный угол объектива (рисунок 3.3).

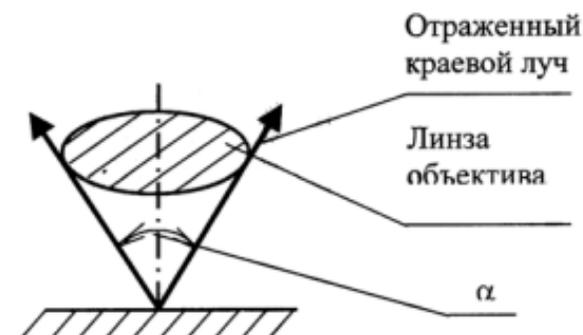


Рисунок 3.3. Отверстный угол объектива

Поскольку коэффициент преломления лучей света в воздухе  $h = 1$ , то наибольшее значение числовой апертуры при максимальном значении отверстиеного угла объектива  $\alpha = 144^\circ$  будет:

$$A = h \cdot \sin \frac{\alpha}{2} = 1 \cdot 0,95 = 0,95.$$

При применении иммерсионного объектива, где свет проходит через прослойку кедрового масла, коэффициент преломления  $h = 1,51$ .

Тогда наибольшее значение числовой апертуры будет:

$$A = h \cdot \sin \frac{\alpha}{2} = 1,51 \cdot 0,95 = 1,43.$$

Как известно из курса физики, разрешающая способность микроскопа для белого цвета с учетом дифракции определяется уравнением:

$$d = \frac{\lambda}{2A} = \frac{0,6}{2 \cdot 0,95} \approx 0,3 \text{ мкм.} \quad \dots\dots(3)$$

При применении иммерсионного объектива с числовой апертурой  $A = 1,43$  разрешающая способность микроскопа равна:

$$d = \frac{\lambda}{2A} = \frac{0,6}{2 \cdot 1,43} \approx 0,2 \text{ мкм.} \quad (4)$$

Этот расчет показывает, что в оптическом микроскопе, какое бы большое увеличение не применяли, мы не увидим кристаллит, размеры которого меньше 0,2–0,3 мкм.

**Полезное увеличение** микроскопа  $M$ , т.е. увеличение, при котором выявляются детали рассматриваемого предмета, определяется уравнением:

$$M = \frac{d_1}{d}, \quad (5)$$

где  $d_1$  – разрешающая способность человеческого глаза. Наименьшая разрешающая способность глаза человека равна 300 мкм;

$d$  – разрешающая способность микроскопа, мкм.

Тогда полезное увеличение обычного (сухого) объектива:

$$M = \frac{300 \text{ мкм}}{0,3 \text{ мкм}} = 1000 \text{ раз.} \quad (6)$$

Для иммерсионного объектива

$$M = \frac{300 \text{ мкм}}{0,2 \text{ мкм}} = 1500 \text{ раз.} \quad (7)$$

**Общее увеличение** микроскопа определяется по формуле:

$$V_m = V_{ок} \cdot V_{об}, \quad (8)$$

где  $V_{ок}$  и  $V_{об}$  – увеличения окуляра и объектива соответственно.

Четкость изображения достигается при правильном подборе (комбинации) увеличений объектива и окуляра. В таблице 3 содержатся характеристики объективов и окуляров МИМ-7 и их сочетания для необходимого увеличения.

Таблица 3 – Увеличения микроскопа МИМ-7

Объективы	Окуляры						
	При визуальном наблюдении				При фотографировании		
	7°	10°	15°	20°	7°	10°	15°
$F = 23,17; A = 0,17$	60	90	130	170	70	120	160
$F = 13,89; A = 0,30$	100	140	200	300	115	200	270
$F = 8,16; A = 0,37$	170	240	360	500	200	340	450
$F = 6,16; A = 0,65$	-	320	500	650	-	440	600
$F = 2,77; A = 1,25$	500	720	1080	1440	575	1000	1350

Примечание.  $A$  – числовая апертура (мера светосилы объектива);  $F$  – фокусное расстояние.

### Устройство микроскопа МИМ-7

На рисунке 3.4 показан общий вид металлографического микроскопа МИМ-7. Он состоит из следующих основных систем: оптической, осветительной, регистрирующей (с фотографической аппаратурой) и механической.

Оптическая система микроскопа включает объектив и окуляр, от которых зависит увеличение микроскопа, и ряд вспомогательных элементов: призмы, зеркала, линзы, диафрагмы. Они смонтированы в корпусе и нужны для того, чтобы сложный, рассеянный луч белого цвета превратить в прямолинейный луч и сфокусировать его в одной точке. Объектив, представляющий собой сочетание линз, дает реальное увеличение микроструктуры. Окуляр состоит из нескольких линз и предназначен для увеличения изображения, полученного объективом.

В осветительную систему микроскопа входят источник света,

набор линз, светофильтров и диафрагм. Источником света является электрическая лампа (17 В), включаемая в сеть через понижающий трансформатор.

Механическая система включает устройства для макро- и микрофокусировки. Макрофокусировка осуществляется с помощью винта, ручки которого располагаются слева и справа на боковых поверхностях корпуса микроскопа, и стопора с рукояткой (слева). Микрофокусировка производится винтом, расположенным справа, ниже макровинта. Перемещение предметного столика в горизонтальных направлениях для просмотра всей поверхности шлифа проводится двумя винтами, расположенными на его боковой поверхности. Около этих винтов на столике нанесены шкалы отсчета с ценой деления 1 мм.

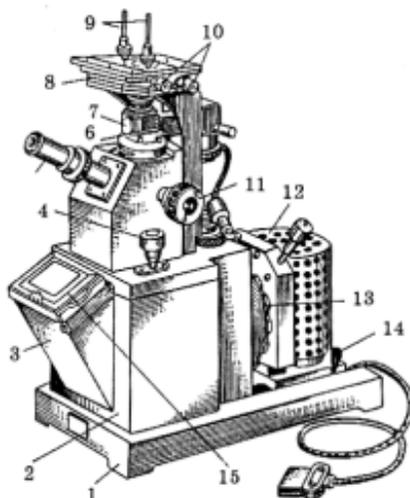


Рисунок 3.4. Общий вид микроскопа МИМ-7:

- 1 – основание; 2 – корпус; 3 – фотокамера; 4 – микрометрический винт;  
 5 – визуальный тубус с окуляром; 6 – рукоятка иллюминатора;  
 7 – иллюминатор; 8 – предметный столик; 9 – клеммы; 10 – винты перемещения столика; 11 – макрометрический винт; 12 – осветитель; 13 – рукоятка светофильтров; 14 – стопорное устройство осветителя; 15 – рамка с матовым стеклом

### Оборудование, материалы, инструменты

1. Металлографический микроскоп МИМ-7.
2. Шлифовально-полировальный станок.
3. Набор микрошлифов.
4. Набор наждачных бумаг, оксид хрома, раствор травителя.
5. Плакаты, стенды, фотографии микроструктур сталей.

### Порядок выполнения работы

Для проведения исследований микроструктуры студенты получают набор шлифов из доэвтектоидной стали.

Шлифы предварительно шлифуются лаборантом. Полирование и травление студент проводит самостоятельно.

На микроскопе МИМ-7 при заданном увеличении (x240) рассматриваются микроструктуры шлифов до и после травления.

Анализ полученного результата проводят путем определения содержания углерода в стали в зависимости от процентного соотношения темных (перлит) и светлых (феррит) зерен. Микроструктура доэвтектоидной стали приведена на рисунке 3.5, а, ее схематическое изображение – на рисунке 3.5, б.

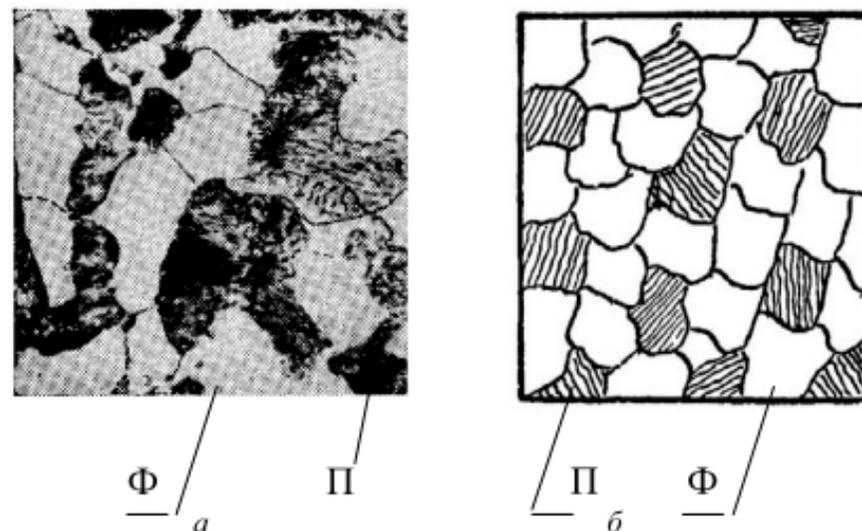


Рисунок 3.5. Микроструктура доэвтектоидной стали а, (увеличение x240) и ее схематическое изображение б

По количественному соотношению светлых и темных зерен (феррит, перлит), оцениваемых визуально, определяется количество перлита. По нему, с учетом содержания углерода в перлите (0,8%), определяют содержание углерода в стали. На рисунке 3.5, б отчетливо видно, что темных зерен перлита в изучаемой стали примерно 30%. Тогда для определения содержания в ней углерода составим пропорцию:

- перлит 100% – 0,8% С;  
 перлит 30% – X% С.

Тогда 
$$X = \frac{0,8 \cdot 30}{100} \% C = 0,24 \% C,$$

что соответствует марке стали 25.

### Содержание отчета

1. Цель работы.
2. Определение основных методов исследования структуры металлов и сплавов.
3. Описание технологии приготовления микрошлифов.
4. Схема отражения световых лучей от поверхности микрошлифа после травления.
5. Изображение микрошлифа до травления с указанием дефектов и элементов микроструктуры и после травления с указанием структурных составляющих.
6. Определение марки стали по микроструктуре приготовленного микрошлифа и приведенной пропорции.
7. Выводы по работе.
8. Список использованной литературы.

### Контрольные вопросы

1. Дайте определение металлам и металлическим сплавам.
2. Какое строение имеют металлы и сплавы?
3. Что называется структурой?
4. Какие методы применяют для исследования строения металлов?
5. Что называется макроанализом?
6. Поясните сущность рентгеноструктурного анализа металлов.
7. Что называется микроанализом?
8. Что называется микрошлифом?
9. Опишите технологию приготовления микрошлифа.
10. Чем производится грубая и тонкая шлифовки микрошлифа?
11. Как производится полирование микрошлифа?
12. Чем и с какой целью осуществляются травления микрошлифа?
13. Поясните схему видимости границ зерен под микроскопом.
14. Поясните схему видимости однородных и неоднородных зерен под микроскопом.
15. Какие вы знаете характеристики микроскопа?
16. Из каких основных узлов состоит микроскоп МИМ-7?