

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2

МІКРОСКОПІЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ МАТЕРІАЛІВ

Мета роботи: вивчити принцип дії та будову металографічного світлового мікроскопа, засвоїти методику виготовлення мікрошліфів, набутти практичних навичок проведення металографічного аналізу на світловому мікроскопі МИМ-7.

ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ

Одним з основних методів мікроаналіза є світова мікроскопія. Вона проводиться на спеціально підготовлених зразках за допомогою металографічного мікроскопа при збільшенні від 50 крат і вище. Вивчення структури металевих матеріалів при більш високих, ніж при макроаналізі, збільшеннях дозволяє значно розширити наше знання про структуру матеріалу, пояснити вплив хімічного складу, різних видів обробки та умов кристалізації на властивості матеріалів. Завдання, які вирішує мікроструктурний аналіз, мають як кількісний, так і якісний характер.

2.1. ВИВЧЕННЯ СТРУКТУР МЕТАЛЕВИХ МАТЕРІАЛІВ

2.1.1. ВИВЧЕННЯ ОДНОФАЗНИХ СТРУКТУР

Фазами в кристалічних металічних структурах є ділянки, які мають межі розділу із сусідами, при переході через які стрибкоподібно змінюються або хімічний склад, або властивості, або те й інше. Рівноважними структурами металів і сплавів є ті, які одержані при дуже малій швидкості охолодження, при кристалізації або при твердофазних перетвореннях. Такі структури мають тверді розчини близькі до рівноважних за хімічним складом, які не мають значних скривлень кристалічної будови і межі зерен мають мінімальний запас вільної енергії.

ДОСЛІДЖЕННЯ НЕТРАВЛЕНИХ МІКРОШЛІФІВ

Докладно приготування мікрошліфів – зразків матеріалів для дослідження під металографічним мікроскопом, буде описано нижче. У кожному випадку підготовка мікрошліфів включає поліровку поверхні зразка і травлення в хімічноактивних розчинах або інші способи травлення.

При травленнях виявляються межі зерен матеріалу, фазові та структурні складові, які можуть утруднювати дослідження деяких особливостей мікроструктури.

На нетравлених мікрошліфах сталей можна досліджувати структуру, характер і розташування мікродефектів, характер неметалевих включень у

сталях і чавунах (шлаки, силікати, оксиди, сульфіді, нітриди та ін.). Досліджують форму і характер розподілу графітних включень у сірих, ковких, високоміцних чавунах та в деяких сталях (рис. 2.1).

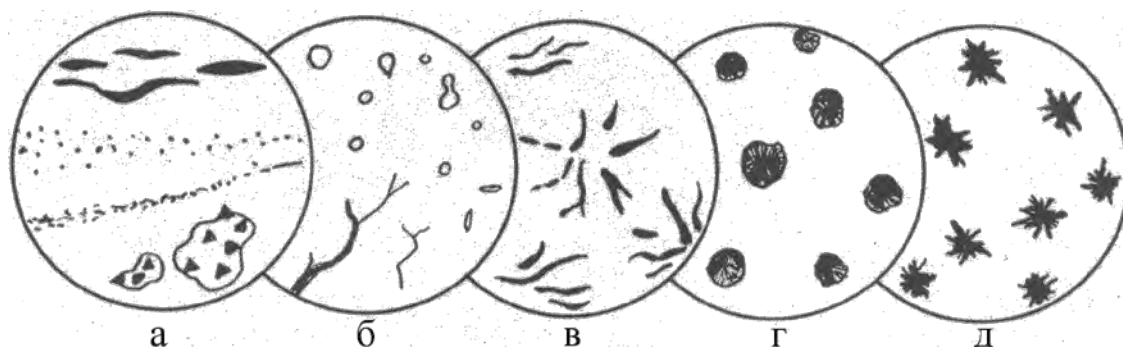


Рис. 2.1. Схеми мікроструктур, які виявлені на нетравлених шліфах:
а) різні види неметалевих включень; б) мікропори та мікротрещини;
в) пластинчата форма графітних включень; г) кулеподібна форма графіту;
д) пластівчаста форма графіту

ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ ЧИСТИХ МЕТАЛІВ І ТВЕРДИХ РОЗЧИНІВ

У промисловості використовуються чисті метали та однорідні сплави (тверді розчини) зі структурою, одержаною при кристалізації (литі структури), зі структурою, одержаною після кристалізації та відпалу.

А також зі структурою після пластичної деформації (холодної або гарячої) та після пластичної деформації і відпалу.

Дослідження литих структур

Чисті метали та тверді розчини в литому стані мають характерну дендритну структуру, по якій можна робити висновок про умови кристалізації, направлення тепловідводу, про наявність і розташування неметалевих включень і якісно про властивості металу або сплаву, який досліджується.

Застосовуючи глибоке травлення в однофазних структурах, можна виявити фігури травлення (геометрично правильні заглиблення або виступи, обмежені кристалографічними площинами). Вимірюючи кути між гранями або визначаючи направлення ребер на фігурах травлення, можна установити орієнтовку кожного кристалу в структурі.

Застосовуючи спеціальні засоби травлення, можна виявити дислокації (лінійні дефекти). У місцях виходу дислокацій на поверхню, травлення металів збільшується внаслідок підвищеної вільної енергії кристалічної решітки в цьому районі (рис. 2.2, а).

В однорідній структурі можна виявити тонку структуру кристалів (рис. 2.2, б) – розміри блоків і ступінь їх розорієнтації.

У литих структурах однофазних твердих розчинів можна виявити якісно ступінь дендритної ліквіації.

При травленні зразка нерівномірність зерен за хімічним складом чітко виявляється за тональністю забарвлення центральних ділянок і периферійних (рис. 2.3, а).

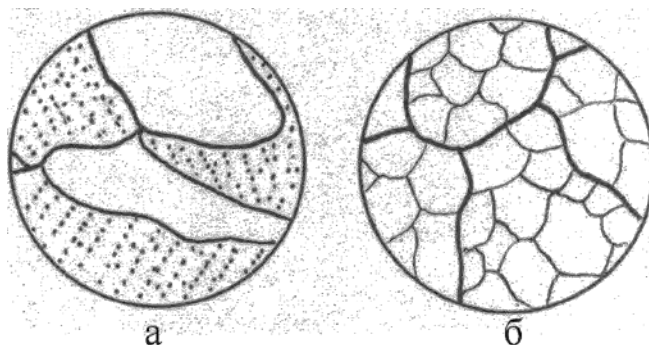


Рис. 2.2. Схеми мікроструктур, які виявлені на травлених шліфах:
а - дислокаційна структура (крапками показані виходи дислокацій);
б - структура зерна (потовщення меж) з фрагментами (тонкі межі)

Необхідно відмітити, що для рішення вищесказаних завдань, необхідно користуватися різними збільшеннями мікроскопа. Так, для дослідження дендритної ліквіації і т.д. достатні невеликі збільшення (50-200 крат), для виявлення дислокаційної і тонкої структури необхідно застосувати більш високі збільшення.

Тривалий відпал при високих температурах литих структур з дендритною ліквіацією приводить до дифузійного вирівнювання зерен за хімічним складом і до вирівнювання криволінійних меж зерен (рис. 2.3, б).

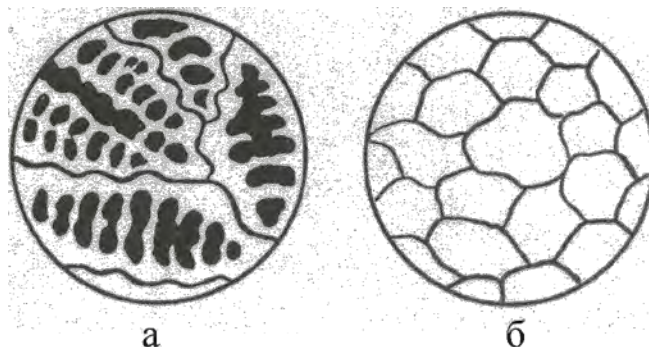


Рис. 2.3. Схеми мікроструктур:
а - литого однофазного сплаву; б - відпаленого однофазного сплаву

Дослідження деформованих структур

При холодній пластичній деформації зерна металу витягуються вздовж деформації, утворюючи так звану текстуру деформації (рис. 2.4, а). Наступний за холодною пластичною деформацією відпал приводить до утворення нових рівноважних зерен і до їх об'єднання (рис. 2.4, б). Стадії цього процесу можна спостерігати за допомогою оптичного мікроскопа, перериваючи процес відпалу (рис. 2.5).

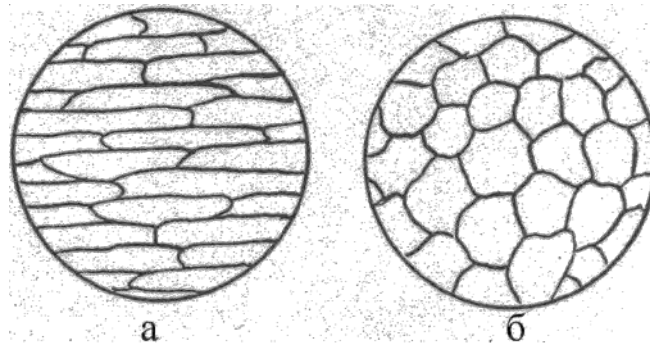


Рис. 2.4. Мікроструктури однофазного сплаву:
а - після холодної деформації;
б - після рекристалізаційного відпалу

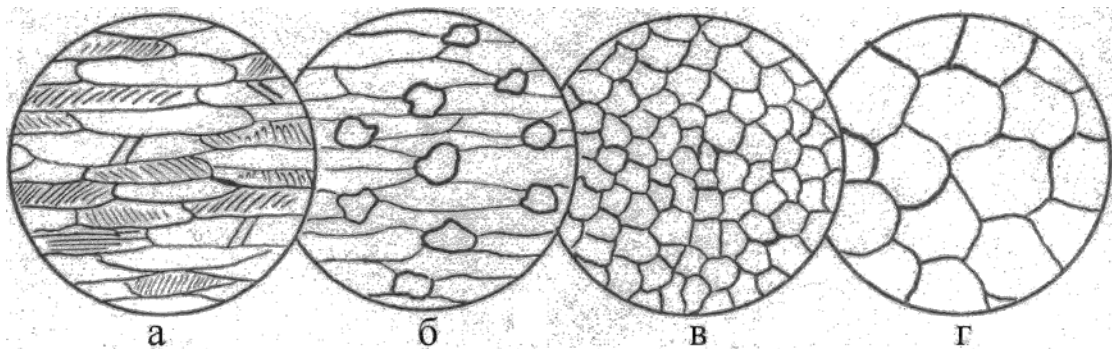


Рис. 2.5. Схеми структурних перетворень при рекристалізаційному відпалі холоднодеформованого однофазного металу:
а - після холодної деформації; б,в - проміжні перетворення;
г - після рекристалізаційного відпалу

При гарячій пластичній деформації процес утворення текстури деформації поєднаний з процесом рекристалізації і це приводить до утворення структури з рівновісними зернами.

Наявність у структурі сталі пластичних неметалевих включень приводить при пластичній деформації до їх формозміни. Набута форма звичайно не змінюється при наступних відпалах (рис. 2.6, а)

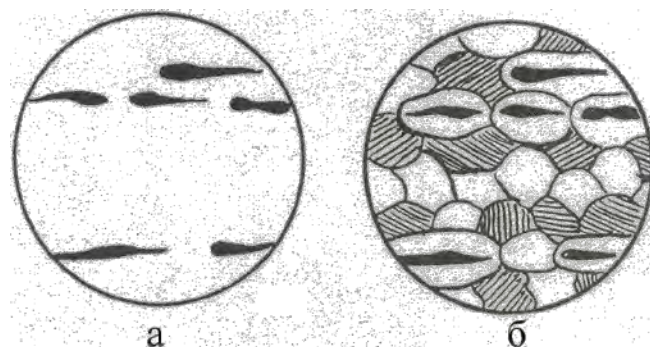


Рис. 2.6. Схема мікроструктури середньовуглецевої гарячodeформованої сталі:
а - нетравлений шліф з неметалевими включеннями; б - після травлення

Таким чином, досліджуючи структуру чистих металів і твердих розчинів під мікроскопом, можна визначити чи литі це структури, чи деформовані, чи піддавались вони відпалу чи ні.

Крім якісного аналізу структури металів для однофазних сплавів можна проводити і кількісний аналіз. За допомогою спеціальної методики можна визначити середній розмір зерна. Як відомо величина зерна значно впливає на механічні і технологічні властивості. У зв'язку з цим існує шкала розмірів зерен і цей вид металографічного аналізу проводиться в лабораторіях металургійних і машинобудівельних заводів дуже часто.

2.1.2. ВИВЧЕННЯ БАГАТОФАЗНИХ СТРУКТУР

Сплави з багатофазними структурами застосовуються як у литому, відпаленому, так і в деформованому відпаленому стані. Фазами, які найбільше зустрічаються в структурі, є тверді розчини, хімічні з'єднання металів з неметалами або металів з металами.

Багатофазні кристалічні структури сплавів можуть бути одержані при кристалізації або при твердофазних перетвореннях. При кристалізації багатофазні структури частіше всього утворюються за евтектичним механізмом, коли з рідини при постійній температурі виділяються одночасно 2-3, а можливо й більше твердих фаз (рис. 2.7, а). І за практичним механізмом, коли на початку кристалізується одна тверда фаза, а потім рідина, яка залишилася, взаємодіючи з твердою фазою, утворює нову тверду фазу.

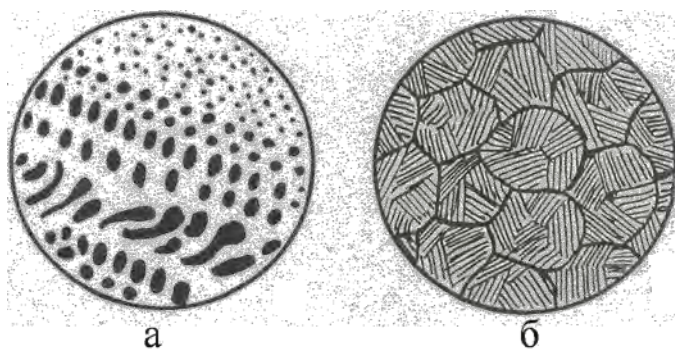


Рис. 2.7. Схеми багатофазних структур:
а - евтектичного типу; б - евтектоїдного типу

Вплив умов кристалізації та складу сплавів евтектичного та перитектичного типу на структуру і, на кінець, на властивості можна вивчати за допомогою металографічного аналізу. Крім того, по рівноважній структурі сплавів цих типів, маючи діаграму стану, можна визначити хімічний склад сплаву.

У багатофазних сплавах можна визначити кількість, форму, рівномірність розподілення, наприклад, фази, яка зміцнює і дати якісну оцінку властивостей даного сплаву.

У сплавах, які утворюють компоненти, що мають поліморфізм, утворення багатофазних структур частіше всього виникає за евтектоїдним механізмом (перетворення подібне евтектичному, тільки виникає у твердому стані) (рис. 2.7, б) і за перитектоїдним (твердофазне перетворення подібне перитектичному). За допомогою мікроструктурного аналізу можна вирішувати для цих сплавів ті ж завдання, що й для сплавів евтектичного та перитектичного типу.

Важливим є вивчення за допомогою мікроаналізу фаз, які утворюються з перерахованих твердих розчинів при охолодженні та старінні (нагрів до визначених температур і витримка при цих температурах).

Вияв впливу умови охолодження і старіння на форму та розподіл цих фаз, пов'язування цих структур з механічними властивостями дозволяє конструювати багатофазні металеві сплави з оптимальними властивостями (рис. 2.8).

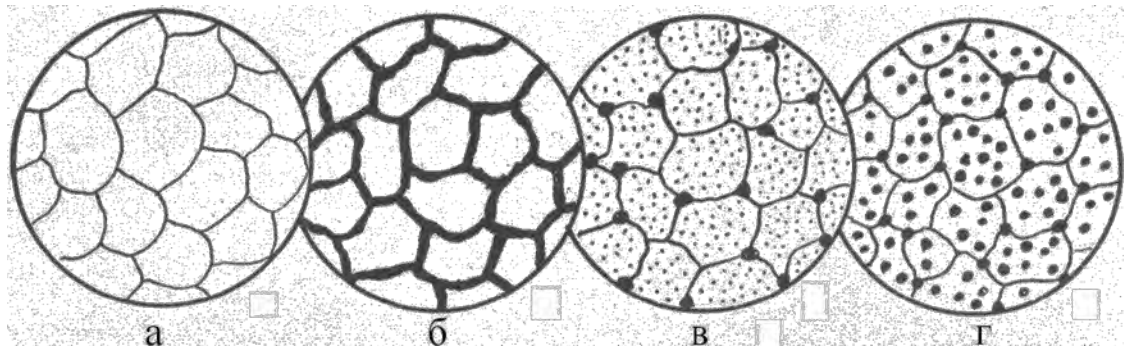


Рис. 2.8. Схеми структур:

- а) пересиченого твердого розчину; б) пограничне виділення другої фази з пересиченого твердого розчину; в) виділення другої фази з пересиченого твердого розчину при старінні; г) укрупнення другої фази при перестарюванні пересиченого твердого розчину

Часто на практиці первісно багатофазні структури, одержані при кристалізації та при твердофазних перетвореннях, піддаються відпалу (нагріву до визначених температур і повільному охолодженню). Відпал проводиться як з метою усунення внутрішніх напружень, одержаних при кристалізації, так і для покращання структури (зміна форми фаз, зменшення довжини меж зерен і т.і.) (рис. 2.9). Контроль структуроутворення при відпалі проводиться за допомогою мікроструктурного аналізу.

Сплави з багатофазними структурами евтектоїдного, перитектоїдного, перитектичного типу – рідше евтектичного, можуть піддаватися пластичній деформації – холодній і гарячій. Вивчення впливу температури нагріву перед пластичною деформацією і в кінці деформації, вплив форми та розподіл твердих фаз на хід пластичної деформації та механічні властивості після деформації проводиться за допомогою металографічного аналізу.

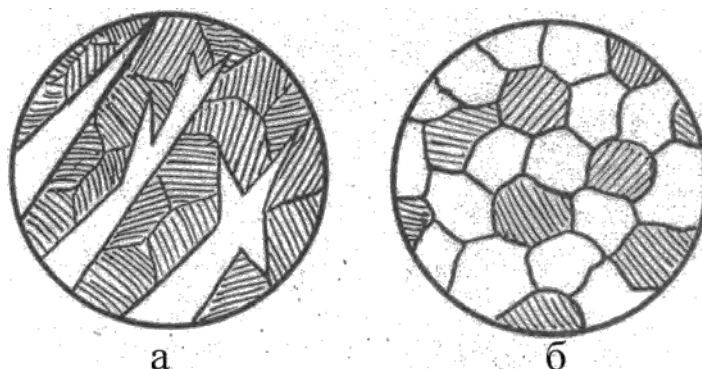


Рис. 2.9. Схема структури:

- а - литої швидкозакристалізованої середньовуглецевої сталі;
 б - швидкозакристалізованої середньовуглецевої сталі після відпалу

Часто неметалеві включення є ініціалізаторами зародження визначених твердих фаз при охолодженні сплаву. У залежності від форми та розподілу неметалевих включень змінюється і розподіл фаз у структурі. Це може привести до змін механічних властивостей. Так, наприклад, при гарячій прокатці середньовуглецевих сталей включення сірчаного марганцю витягуються вздовж прокатки та при охолодженні ініціюють виділення фериту, що приводить до утворення порожнинності, яка викликає анізотропію властивостей (нерівномірність властивостей вздовж і впоперек прокатки).

За допомогою мікроаналізу можна дуже точно визначити товщину дифузійного шару після хіміко-термічної обробки сталі (насичення поверхні деталі вуглецем, азотом, кремнієм і т.д. при високих температурах), фазовий склад, форму та розміри фаз у дифузійному шарі (рис. 2.10).

Мікроструктурним аналізом можна виявити структуру сплавів, які застосовуються в техніці. Нерівноважний стан сплави можуть набувати в результаті високої швидкості кристалізації або при нагріві сталі до визначеної температури з наступним охолодженням з високою швидкістю (загартування). У результаті утворюються структури відмінні від рівноважних і які приводять до різкої зміни механічних властивостей.

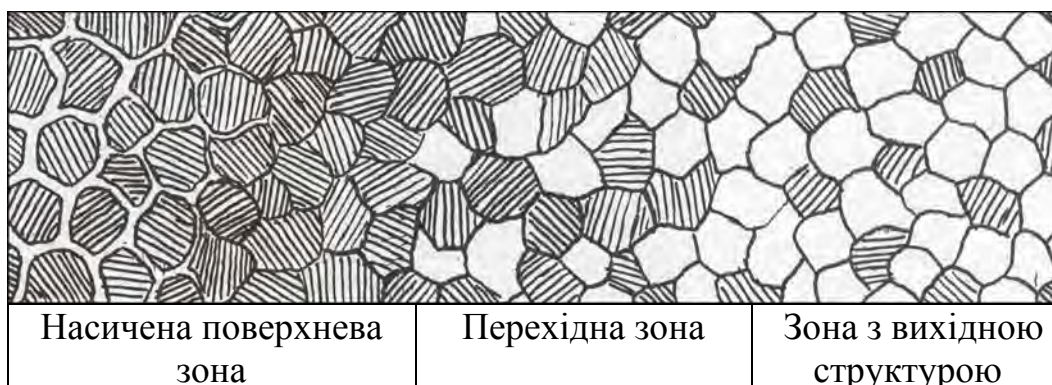


Рис. 2.10. Схема структури насиченої вуглецем поверхні низьковуглецевої сталі.

2.2. ВИГОТОВЛЕННЯ МІКРОШЛІФІВ

ВИРІЗКА І ШЛІФУВАННЯ ЗРАЗКІВ

Дослідження в металографічному мікроскопі структури металів або сплавів можливе лише при відбиванні світлових променів від досліджуваної поверхні. Тому поверхня зразка для мікроаналізу, який називається мікрошліфом, повинна бути підготовлена спеціальним чином (рис. 2.11).

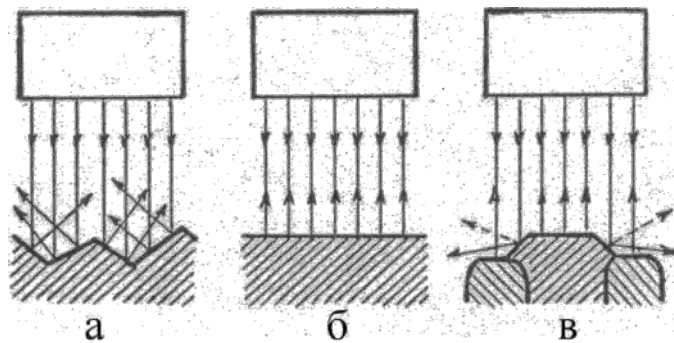


Рис. 2.11. Схема відбивання світлових променів від поверхні шліфа:
а - шліфованої; б - полірованої; в - протравленої.

Процес підготовки мікрошліфа починається з вирізки з деталі, злитка або відливу зразка металу невеликих розмірів. Найбільш зручними розмірами зразка є 15*15*15 мм або циліндрики діаметром 15-20 мм і висотою 15 мм (рис. 2.12, а,б).

Тонкі зразки круглого перерізу (канатна проволочка, голки і т.і.) перед обробкою установлюються в металеву обойму і заливають легкоплавким металевим сплавом (наприклад: сплавом Вуда – Sn-12,5%; Pb-2,5%; Cd-12,5%; Bi 1-50%), температура плавлення якого нижче 100°C або пластмасою, яка сама твердіє (рис. 2.12, в). Після затвердіння проводиться приготування мікрошліфу.

Якщо досліджувані деталі мають дуже маленькі розміри, то для виготовлення зразка застосовуються різні пристосування. Так, наприклад, для тонких зразків (стрічки трансформаторної сталі, лезо бритви і т.і.) застосовуються струбцини – дві пластини товщиною 5-7 мм, скріплені двома гвинтами (рис. 2.12, г). Тонкі зразки затискаються між двома пластинами струбцини гвинтами, і потім зразок обробляється разом з пластинами струбцини.

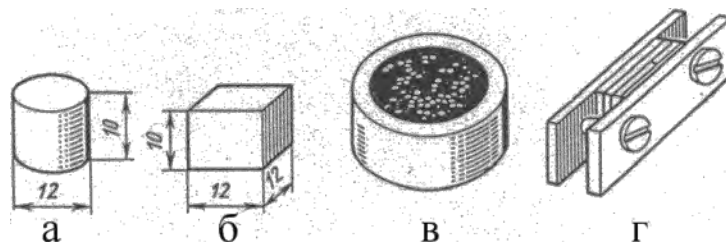


Рис. 2.12. Нормальні розміри металографічних зразків (а,б) і пристосування для монтування зразків малого розміру (в,г).

В останній час широке розповсюдження одержав метод запресовування досліджуваних зразків металу в полістирол. Зразок поміщається в прес-форму, засипається порошкоподібним полістиролом і пресується при нагріві, що забезпечує полімеризацію. Приготовлені таким образом зразки мають однакові розміри і можуть проходити подальшу обробку на механічних шліфувальних і полірувальних станках.

Зразки можуть вирізатися з деталі або злитку всіма можливими способами, однак належить враховувати, що в місці розрізу метал не повинен нагріватися до температури вище 50-70°C, так як це може привести до зміни структури досліджуваного металу. З м'яких металів і сплавів зразки можуть вирізатися пилкою, фрезою, різцем і т.і.

Якщо твердість металу значна, то зразок вирізається карборундовими, алмазними або вулканітовими тонкими відрізними кругами. Якщо матеріал має високу крихкість, то зразки можна відбивати молотком.

Дуже важливим є місце вирізки зразка з деталі. Для цього необхідно чітко уявити, яку інформацію треба одержати за допомогою цього аналізу.

Після вирізки зразка металу потрібну для дослідження поверхню зразка необхідно вирівняти – зробити плоскою. Це можна зробити за допомогою наждачного круга або на плоскошліфувальному станку. В залежності від властивостей зразка вибирається наждачний круг. Наждачні круги мають абразивні зерна різних розмірів і твердості, крім того зв'язуюча складова круга може мати також різну міцність.

Одержану плоску поверхню зразка піддають шліфувальню. Шліфування зразка проводиться на наждачному папері різної зернистості. Бажано використовувати спеціальний водостійкий металографічний наждачний папір. Він випускається в вигляді аркушів розміром 300*250 мм, з розміром абразивних зерен від 2500 мкм до 28 мкм.

Якщо шліфування проводиться вручну, то аркуш наждачного паперу накладається на плоску тверду поверхню, якою може бути товсте скло, мармурова або металева плита і шліфування зразка робиться в одному напрямку, перпендикулярному рискам, одержаним від наждачного круга. Шліфування починається на наждачному папері із самим крупним абразивним зерном. Після зникнення (стирання) рисок від наждачного круга переходять до шліфування на наждачному папері з більш дрібним абразивним зерном. При переході на новий номер паперу, зразок повертається на 90°, щоб кожен раз шліфування проводилося перпендикулярно рискам попереднього номера паперу.

Для деяких м'яких металів і сплавів шліфувальний папір змочують водою, гасом або натирають парафіном. Щоб уникнути наклепу поверхні зразків деяких сплавів, шліфування проводять на шкіряному крузі, який обертається і на який нанесено абразивний порошок відповідних розмірів.

Шліфування можна робити і на спеціальних шліфувальних станках, які являють собою круг, який обертається, із закріпленим на його плоскій поверхні наждачним папером. Зразки при шліфуванні можуть утримуватися вручну або за допомогою спеціальних притискачів.

Закінчивши шліфування на самому дрібному наждачному папері, можна продовжити шліфування на алмазній пасті. Для цього на аркуш креслярського паперу наноситься паста з алмазним порошком різної зернистості і шліфування робиться так, як і на наждачному папері, але тому що розміри алмазних зерен менші чим розміри абразивних зерен наждачного паперу, то утворюється більш тонке шліфування. Розміри зерен алмазного порошку можуть бути до 1 мкм.

Після шліфування на алмазній пасті поверхня зразка буде практично дзеркальною і неозброєним оком не має можливості побачити ризок на поверхні. Але при розгляді шліфу під мікроскопом ризки все ж будуть видні. Для видалення цих ризок робиться полірування зразка.

ПОЛІРУВАННЯ ЗРАЗКА

Полірування площини зразка можна робити кількома способами: *механічним, хіміко-механічним і електролітичним.*

При **механічному** полірування використовуються круги, які обертаються, обтягнуті полірувальним матеріалом. Це може бути цупке сукно або фетр. При обертанні круга на його поверхню наноситься абразивний порошок з розмірами частинок менше 1 мкм. Як абразивний порошок використовують оксиди металів: оксид хрому – зеленого кольору, оксид заліза - червоного кольору або оксид алюмінію – білого кольору. Ці порошки засипають у колбу з водою, збовтують і дають відстоятися кілька хвилин. Під час відстоювання крупні частинки осідають на дно колби, а дрібні (розміром менше 1 мкм) знаходяться довгий час у завислому стані. Вода із частинками абразивного матеріалу наноситься на поверхню полірувального матеріалу і поверхня зразка полірується шляхом легкого притискування поверхні зразка до круга який обертається. При поліруванні зразок необхідно повільно обертати навколо осі перпендикулярній площині полірування. Полірування можна робити вручну, тобто утримувати зразок рукою, або механічно на станку, де кілька зразків поліруються одночасно.

При **хіміко-механічному** поліруванні на полірувальний круг наноситься крім абразивного матеріалу, хімічно активні речовини, які сприяють прискоренню процесу полірування.

Електрохімічне полірування здійснюють в електролітичній ванні. В електроліт опускають катод (пластина з нержавіючої сталі або хімічно малоактивного металу) і анод (досліджуваний зразок) (рис. 2.13) і пропускають постійний струм.

Склад електроліту та щільність струму підбираються в залежності від складу зразка. Наприклад: для вуглецевих і легованих сталей застосовуються азотна кислота (питома вага 1,48), щільність струму 8-10 А/см² при температурі до 30°C. Для корозієстійких сталей застосовуються ортофосфорна кислота 38%, гліцерин 53%, вода 9%, щільність струму 0,2-2 А/см² при температурі від 20-75°C.

Під час пропускання струму поверхня зразка розчиняється в електроліті, однак цей процес йде нерівномірно. Виступи на поверхні зразка розчиняються

інтенсивніше западин, що й приводить до вирівнювання поверхні. Це пояснюється тим, що густина струму на виступах більша, ніж на западинах.

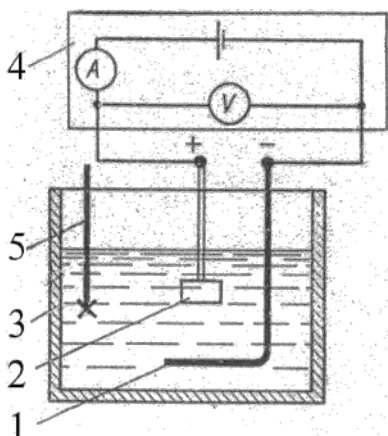


Рис. 2.13. Схема установки для електролітичної поліровки та електролітичного травлення шліфів:

1 - катод; 2 - зразок-анод; 3 - ванна з електролітом;
4 - випрямлювач; 5 - мішалка

Після полірування зразка будь-яким з перелічених способів роблять промивку його у воді або в спирті і сушать у потоці теплого повітря.

Оброблений таким чином зразок може бути розглянутий під мікроскопом. При розгляді під мікроскопом полірованого зразка металу буде видно світле поле (рис. 2.11, б), на якому можна виявити різного роду неметалічні включення або дефекти – мікропористість, мікротріщини і т.і.

На зразках сталі після полірування частіше всього виявляються крім дефектів неметалеві включення - оксиди, сульфіді, силікати або графіт у графітозованій сталі. Ці включення мають різне забарвлення, але часто мають слабкий контраст по відношенню до матриці, тому розглядати доцільно в поляризованому світлі. Тип включень їх кількість і розташування в значній мірі визначає властивості сталі.

У міді та сплавах на основі міді в такий спосіб виявляють включення закису міді та сульфідів. У сірих чавунах проявляються графітні включення, їх форма та розміщення. На площі, зайнятій графітом, у колі зору визначається кількість графітних включень, які відчутно впливають на механічні властивості чавуну, визначається ступінь їх ізолюваності.

ТРАВЛЕННЯ ЗРАЗКА

Поверхню полірованого зразка після обстеження під мікроскопом протравлюють для виявлення границь зерен, фазових та структурних складових. Існує кілька методів травлення, які за своїм впливом на поверхню металу відрізняються.

Вибіркове розчинення металевих фаз, а також приграничних ділянок відбувається внаслідок відмінності їхніх фізико-хімічних властивостей. У

результаті різної інтенсивності розчинення створюється рельєф поверхні шліфу. Коли ця поверхня освітлюється падаючим світлом, у мікроскопі відбувається часткове розсіювання світла і утворення тінювих картин, за якими і можна судити про структуру сплаву.

Вибіркове розчинення здійснюється в рідких хімічно активних травниках або в результаті електролітичного впливу.

Для виявлення структури залізовуглецевих сплавів (сталей та чавунів) як травитель застосовується 3-5% розчин азотної кислоти HNO_3 в етиловому спирті $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Для травлення високолегованих сталей часто застосовують реактив “царська горілка” – три частини соляної кислоти HCl та одна частина азотної кислоти HNO_3 . Цей метод застосовують найчастіше. Відполірований зразок занурюють у розчин травителя і витримують кілька секунд. Час залежить від характеристики металів і складу сплавів, його добирають експериментально. Так, багатофазові сплави травляться швидше за чисті метали і однофазові тверді розчини. У процесі травлення полірована поверхня темніє, тому слід старатися не перетравлювати зразок, бо це може призвести до викривлення картини структури. Якщо мікрошліф недотравити (а це видно під мікроскопом – слабкий контраст між фазами, нечіткі переривчасті границі зерен тощо), травлення слід повторити. Після травлення зразок промивається під струменем води і швидко просушується фільтрувальним папером. Якщо зразок готують у струбчині, то після просушування фільтрувальним папером його слід ще просушити у струмені теплого повітря.

При травленні відбувається неоднорідне розчинення поверхні зразка в травителі. Наприклад, при травленні чистих металів та однофазових твердих розчинів границі зерен через вищу хімічну активність та наявність домішок розчиняються інтенсивніше, що й призводить до утворення на поверхні канавок, які розсіюють світло, котре не повертається в об’єктив (див. рис. 2.11, в). Через це границі зерен темніші, в той самий час вони мають такий колір, як і поверхня зерен. Крім того, деякі зерна буде видно під мікроскопом як світліші, а інші – як темніші. Це пов’язано з тим, що при приготуванні полікристалічного однофазного зразка зерна розрізаються по різних кристалографічних напрямках і мають у цих напрямках неоднакові властивості. Це приводить також до неоднакового розчинення зерен і часткового розсіювання відбитих променів.

При травленні багатофазних сплавів крім хімічного розчинення поверхні зразка в травителі відбуваються електрохімічні процеси за наявності фаз з різним електрохімічним потенціалом. Травитель у даному випадку виконує роль електроліту. Завдяки цьому процес травлення прискорюється. Фази, які розчиняються інтенсивніше, через розсіювання променів світла видно під мікроскопом більш темними (рис. 2.11, в).

Так, наприклад, перліт (структурна складова залізовуглецевих сплавів, яка складається з фериту – практично чистого заліза та цементиту – хімічного поєднання заліза з вуглецем Fe_3C) видно при малих і середніх збільшеннях як темні ділянки, хоч обидві фази, які складають перліт, світлі (рис. 2.14).

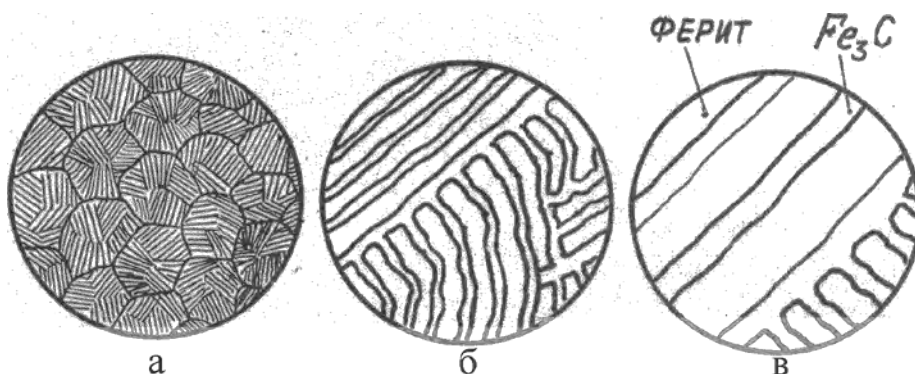


Рис.2.14. Структура перліту:
а - збільшення 500; б - збільшення 1500; в - збільшення 10000

Утворення осадів на різних фазах структури внаслідок обмінних реакцій між солями, розчиненими в травителі та металами, присутніми у відповідних фазах. Так, наприклад, при травленні сталі в насиченому розчині гіпосульфиту Na_2SO_4 відбувається реакція обміну з чистим залізом (феритом) і поверхня феритних зерен покривається шаром FeS і буде видна під мікроскопом темного кольору **$\text{Fe} + \text{Na}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{FeS} + \text{Na}_2\text{SO}_4$** .

В той час, як цементитні зерна не беруть участі в цій реакції і залишаються світлими.

Травлення методом окислення (теплове травлення).

Полірований зразок нагрівається в окислювальній атмосфері до температур, при яких починається окислення металу (кольору мінливості). При цьому різні фази окислюються неоднаково, утворюється окисна плівка різної товщини і складу, що й приводить до різного забарвлення фаз. Температура та час витримки при тепловому травленні підбираються для різних сплавів експериментально.

Травлення методом вибірного випарювання фаз у вакуумі (вакуумне травлення).

Для цього зразок нагрівається у високому вакуумі до температур, при яких виявляється помітна різниця у випарюванні фаз і приграничних ділянок зерен. Цим способом можна зафіксувати та розглянути під мікроскопом структуру, яку мав сплав при високих температурах.

ЗБЕРІГАННЯ МІКРОШЛІФІВ

Якщо металографічне дослідження або контроль не проводиться одразу після приготування шліфу або проводиться багатократно з перервами, то поверхню шліфа належить захистити від можливого окислення. У цих випадках вже при поліровці та промивці шліфів застосовують пасивуючий розчин. Такі шліфи особливо ретельно промивають спиртом і просушують. Якщо шліф необхідно зберегти на довший термін, то його поверхню покривають тонким шаром розчину кедрової олії ($0,1-0,2 \text{ см}^3$) в сірчаному ефірі (100 см^3). Плівка, яка утворюється, прозора і не перешкоджає вивченню шліфу. Якщо ж її треба

видалити, то шліф протирають спиртом або бензином. Потім шліфи поміщають в ексикатори.

Ексикатор – прозора посудина, складається з нижньої конусної частини і верхньої циліндричної, розділених тонкою металевою або фарфоровою перегородкою з отворами, через які проходить повітря. Зверху посудина щільно закривається притертою кришкою з фланцем (при відкриванні ексикатора кришка зсовується, а не піднімається). Для того, щоб шліфи не окислювались, в нижню частину ексикатора поміщують шар гігроскопічної речовини (хлористого кальцію), яка добре поглинає вологу. Перед засипкою в ексикатор її попередньо прокалюють для найбільш повного видалення вологи.

2.3. ОСНОВНІ СИСТЕМИ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО СВІТЛОВОГО МІКРОСКОПА

Відкриття способу одержання скла в ранньому середньовіччі дозволило широко використовувати скляні лінзи для виправлення дефектів зору і для розгляду дрібних предметів та організмів, недоступних для спостереження неозброєним оком.

При виготовленні збільшувальних стекол були досягнуті дивні результати. Так, наприклад, видатний голландський мікроскопіст-любитель Левенгук, який жив у 17 столітті, зміг виготовити лупу із збільшенням майже 300 крат. На зломі 16-17 століть для отримання більшого, ніж у лупи, збільшення, були зроблені спроби застосувати подвійне збільшення за допомогою двох лінз.

Перші мікроскопи працювали в світлі, яке проходило, тобто світло проходило через прозорий для білого світла об'єкт дослідження, потім потрапляло в першу систему лінз (об'єктив), де утворювалося первинне збільшення зображення об'єкта, а потім збільшене зображення зазнавало повторного збільшення в другій системі лінз (окулярі). І двічі збільшене зображення спостерігалось дослідником.

Такий принцип застосовується і зараз в біологічних мікроскопах, але для дослідження металографічних зразків він не годиться, так як метали непрозорі для білого світла.

При вивченні структури булатної сталі в 1831 році П.П. Аносов вперше використав мікроскоп, застосувавши відбите від поверхні металевого зразка світло. Так було покладено початок мікроструктурного аналізу металів і сплавів.

Значний вклад у розвиток теорії утворення зображення в мікроскопі та в конструкції оптичних мікроскопів був зроблений фірмою “Карл Цейс”, відомої уже на початку 19-го століття.

Найбільш широке застосування в дослідницьких і заводських лабораторіях знайшли мікроскопи МИМ-7, МИМ-8, “NEOPHOT-21”, “EPIQUANT”, METAM-P1, OLYMPUS BX (41/51/61) та інш.

Сучасний металографічний мікроскоп можна умовно розділити на три основних системи: оптична, освітлювальна та механічна.

2.3.1. ОПТИЧНА СИСТЕМИ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО МІКРОСКОПА

Оптична система складається з об'єктива, окуляра і деяких допоміжних оптичних елементів (рис.2.15).

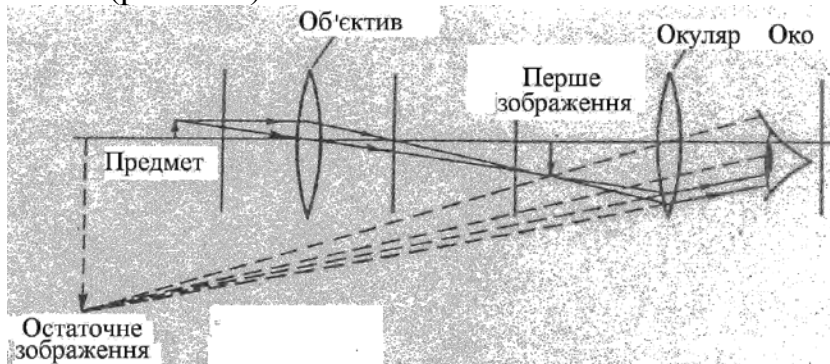


Рис. 2.15. Отримання зображення за допомогою мікроскопа

Об'єктив дає дійсне збільшене зворотне зображення поверхні шліфу і являє собою систему лінз, об'єднану в одній оправі і розташовану в безпосередній близькості від поверхні шліфу.

Перша лінза, яка знаходиться в безпосередній близькості від зразка (фронтальна лінза), визначає збільшення об'єктива. Останні лінзи є корекційними, призначення яких усунути небажані ефекти – хроматичну (колірну) та сферичну аберації, які виникають при проходженні променів через фронтальну лінзу.

Хроматична аберація. При проходженні білого світла через фронтальну лінзу відбувається розкладання складових променів білого світла, які після переломлення не сходяться в одній точці (фокусі). Це призводить до погіршення чіткості зображення (рис. 2.16, а). Виправити повністю цей дефект лінзи може застосування тільки монохроматичного світла.

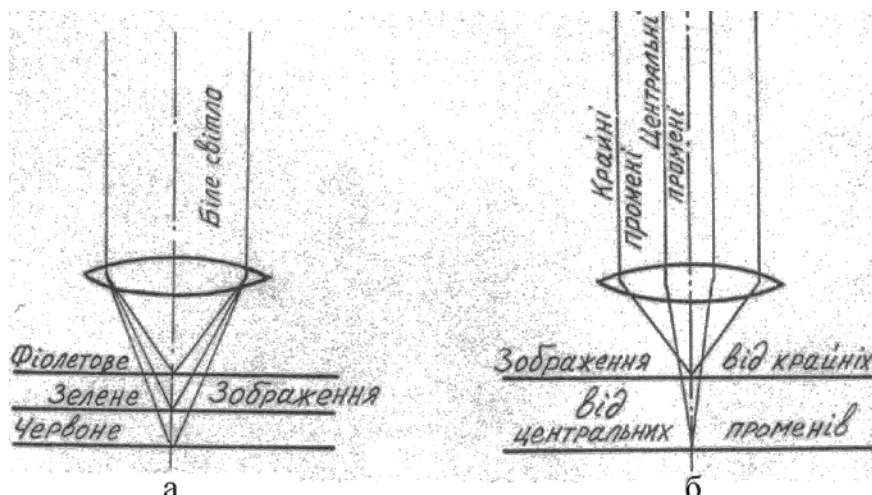


Рис. 2.16. Схема, яка ілюструє виникнення ефектів оптичної системи:
а - хроматична аберація; б - сферична аберація

Для зменшення хроматичної аберації білого (поліхроматичного) світла в об'єктиві встановлюються корекційні лінзи зі спеціальних матеріалів, наприклад, плавикувого шпату (флюориту).

У залежності від ступеня виправлення (корекції) хроматичної аберації розрізняють об'єктиви ахроматичні і алохроматичні. В ахроматах збережена аберація для трьох монохроматичних променів, в апохроматах – для двох. Апохромати застосовують головним чином для великих збільшень, а ахромати – для малих і середніх збільшень.

Сферична аберація проявляється в тому, що промені, які проходять через центральні та периферійні частини лінзи не сходяться в одній точці, що також погіршує чіткість зображення (рис. 2.16, б).

Для зменшення сферичної аберації в об'єктивах застосовуються корекційні лінзи, які мають однакову, але протилежно направлену фронтальну лінзі сферичну аберацію.

Окуляри – це системи лінз, через які дослідники розглядають досліджувані об'єкти. Вони дають не тільки уявне збільшення (тобто збільшене зображення, одержане об'єктивом), але й виправляють оптичні дефекти, які не виправляють в об'єктивах.

У металографічних мікроскопах застосовують окуляри трьох типів: звичайні (Гюйгенса), компенсаційні (працюють з об'єктивами планарами, які мають фронтальну лінзу напівкульової форми і надають різкого зображення одночасно в центрі та по краях) та проекційні (гомаль) – які застосовуються при фотографуванні.

Звичайні окуляри мають збільшення від 2 до 15 разів, компенсаційні – до 25 разів. Збільшення об'єктивів від 9 до 95 разів.

Загальне збільшення мікроскопа дорівнює добутку збільшення об'єктива та окуляра

$$M_{\text{заг}} = M_{\text{ок}} \cdot M_{\text{об}} = \frac{250}{F_{\text{ок}}} \cdot \frac{L}{F_{\text{об}}}, \quad (2.1)$$

де $M_{\text{ок}}$, $M_{\text{об}}$ – збільшення окуляра та об'єктива відповідно;

L – оптична довжина тубуса мікроскопу;

250 – відстань найкращого зору;

$F_{\text{ок}}$, $F_{\text{об}}$ – фокусна відстань окуляра та об'єктива відповідно.

На практиці робоче збільшення встановлюється комбінацією змінних окулярів та об'єктивів у відповідності з таблицею, що додається до мікроскопу.

Максимальне **корисне збільшення**, яке дає об'єктив визначається з формулою (2.2):

$$M = D_i / D, \quad (2.2)$$

де D_i : максимальна дозволююча здатність людського ока, яка дорівнює 0,2-0,3 мм. Дозволююча здатність ока – це найменша відстань між точками або лініями, при яком вони видні роздільно і не зливаються;

D - максимальна дозволююча здатність оптичної системи.

Максимальна дозволююча здатність об'єктива з умов дифракції світла дорівнює:

$$D = \lambda / (2n \cdot \sin \alpha / 2), \quad (2.3)$$

де: λ - довжина хвилі світла (для білого світла $\lambda = 600 \text{ нм} = 6000 \text{ \AA}$);

n - коефіцієнт переломлення середовища між об'єктом дослідження і фронтальної лінзи об'єктива;

$\alpha/2$ - половина кута розкриття світлового пучка, який входить (рис. 2.17).

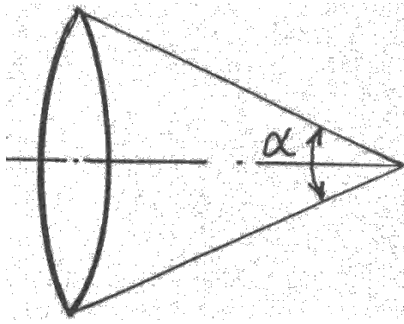


Рис. 2.17. Отвірний кут об'єктива

Максимальне корисне збільшення мікроскопа можна досягнути в тому випадку, якщо D буде мінімальним. Це можна отримати при мінімальному значенні λ і при максимальному значенні величини $2n \cdot \sin \alpha / 2$, яка називається числовою апертурою.

Довжину хвилі λ можна трохи змінити за допомогою світофільтрів або застосувавши ультрафіолетові промені, які мають більш коротку довжину хвилі, ніж біле світло. Таки мікроскопи із застосуванням освітлювача з ультрафіолетовим випромінювачем застосовуються на практиці. Збільшити вираз $2n \cdot \sin \alpha / 2$ можна, якщо застосовувати між об'єктом дослідження й об'єктивом середовище з більшим, ніж у повітря (n повітря дорівнює 1), коефіцієнтом переломлення (наприклад, кедрова олія, яка має $n = 1,51$). Крім того, необхідно використовувати короткофокусні об'єктиви, у яких величина кута $\alpha/2$ більша і $\sin \alpha / 2$ наближається до 1.

Якщо підставити максимальне значення у формулу дозволюючої здатності об'єктива, то одержимо: $D = 6000 / (2 \cdot 1,51 \cdot 1) = 0,2 \text{ мкм}$ ($0,0002 \text{ мм}$), а максимальне корисне збільшення оптичної системи складе (2.4):

$$M = D_i / D = 0,3 / 0,0002 = 1500 \quad (2.4)$$

У практичних умовах корисне збільшення при використанні білого світла можна прийняти рівним 1000 апертур взятого об'єктива. Числова апертура об'єктива часто вказується на корпусі об'єктива.

Наприклад, об'єктив має збільшення 40 і числову апертуру 0,65. З таким об'єктивом можна одержати максимальне корисне збільшення 650, тобто можна застосувати окуляр із збільшенням не більше 15.

Ступінь збільшення мікроскопа можна збільшити дослідним шляхом за допомогою об'єкт-мікрометра-лінійки, на якій нанесено 1 мм, розділений на 100 частин. Якщо замість мікрошліфу перед об'єктивами установити об'єкт-мікрометр, можна на око визначити діаметр цього кола. Припустимо, що діаметр цього кола 150 мм і видно 15 поділок, тобто 0,15 мм, тоді збільшення мікроскопа $M=150/0,15=1000$

Це визначення може бути більш точним, якщо над окуляром установити дзеркало таким чином, щоб відбиття від дзеркала падало на аркуш паперу, це дозволить точно виміряти діаметр освітленого кола окуляра. Можна також визначити збільшення мікроскопа при фотографуванні.

2.3.2. ОСВІТЛЮВАЛЬНА СИСТЕМА МЕТАЛОГРАФІЧНОГО МІКРОСКОПА

Відмінна риса металографічних мікроскопів – освітлення об'єкта через об'єktiv (рис. 2.18). Площина шліфу повинна бути перпендикулярною до головної оптичної осі мікроскопа. Для цього шліф 1 установлюють полірованою поверхнею на предметному столику 2, отвір якого розташований над об'єktivом 3. Від джерела світла 4 промені поступають на напівпрозору пластинку 5, частина світлового потоку відбивається на цій пластинці в об'єktiv і освітлює об'єкт. Відбиті від шліфу промені, проходячи через об'єktiv і напівпрозору пластину 5 потрапляють в окуляр і далі до ока дослідника.

Для одержання чіткого, рівномірного освітленого зображення, необхідно використати в мікроскопі пучок паралельних променів. Такі промені можуть бути отримані від джерела світла, яке знаходиться в безкінечності, або за допомогою спеціальної освітлювальної системи (рис. 2.18).

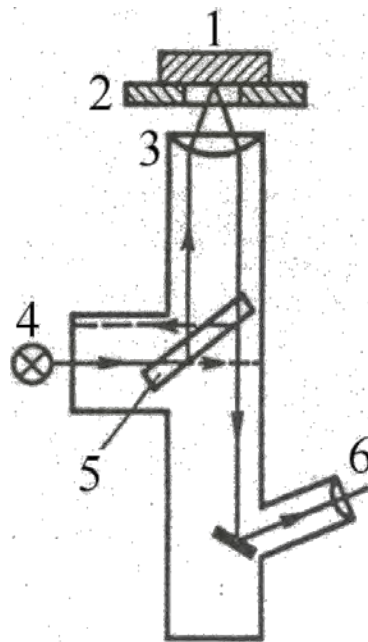


Рис. 2.18. Схема освітлення металографічного мікроскопа
1 - шліф; 2 - предметний столик; 3 - об'єktiv; 4 - джерело світла;
5 - напівпрозора пластинка; 6 окуляр

Джерелом світла в металографічних мікроскопах частіше всього є низьковольтні лампочки розжарювання, які живляться від знижуючого трансформатора з регулятором вихідного напруження або реостатом. Низьковольтні лампи мають коротку нитку розжарювання, яка утворює джерело світла, близьке до точкового. Лампа розжарювання установлюється в освітлювачі таким чином, щоб нитка розжарювання знаходилася в точці фокуса колектора (конденсатора).

Як відомо, якщо пучок паралельних променів пропустити через випуклу лінзу, то вони перетнуться в точці фокуса лінзи. Конденсатор виконує зворотне завдання. Промені світла, які розходяться від джерела, розміщеного в точці фокуса конденсатора, при проходженні через конденсатор стають паралельними.

За конденсатором в освітлювачі знаходиться набір світлофільтрів (кольорові пластинки, здатні пропускати через себе промені визначеної довжини хвилі та поглинати останні). За допомогою світлофільтрів можна підвищити роздільну здатність оптики мікроскопа, крім того можна домогтися одержання жовто-зеленого освітлення, яке добре впливає на нервову систему ока та дозволяє більш чітко виявити особливості структури.

Освітлювач має дві діафрагми (отвори, які можна змінювати в діаметрі): польову й апертурну. За допомогою польової діафрагми можна обмежити поле зображення, а за допомогою апертурної діафрагми можна підвищити чіткість зображення та зменшити інтенсивність освітлення.

Дуже важлива деталь освітлювача – напівпрозоре дзеркало установлене під кутом 45° по відношенню до ходу променів. Пройшовши через системи освітлювача, світло потрапляє на це дзеркало, частина його проходить через дзеркало, а частина відбувається під кутом 90° по відношенню до падаючого променя, проходить через об'єктив і освітлює поверхню мікрошліфу.

Відбившись від поверхні шліфу, промені світла з інформацією про структуру проходять через об'єктив і знову потрапляють на похилу поверхню плоскопаралельної пластини. Частина цих променів відбивається в сторону джерела світла, а останні, пройшовши через призму та окуляр, потрапляють в око дослідника.

Якщо прибрати призму, то промені після напівпрозорого дзеркала проходять через фотоокуляр, відбиваються від дзеркала і потрапляють на матове скло. Після наведення на різкість зображення структури, яке видно на матовому склі (як на екрані), матове скло замінюється касетою з фотопластинкою і можна зробити фотографування структури.

2.3.3. МЕХАНІЧНА СИСТЕМА МЕТАЛОГРАФІЧНОГО МІКРОСКОПА

Механічна система мікроскопа (рис. 2.19) складається із штатива, на якому кріпляться всі вузли мікроскопа, предметного столика та гвинтів для наведення на різкість.

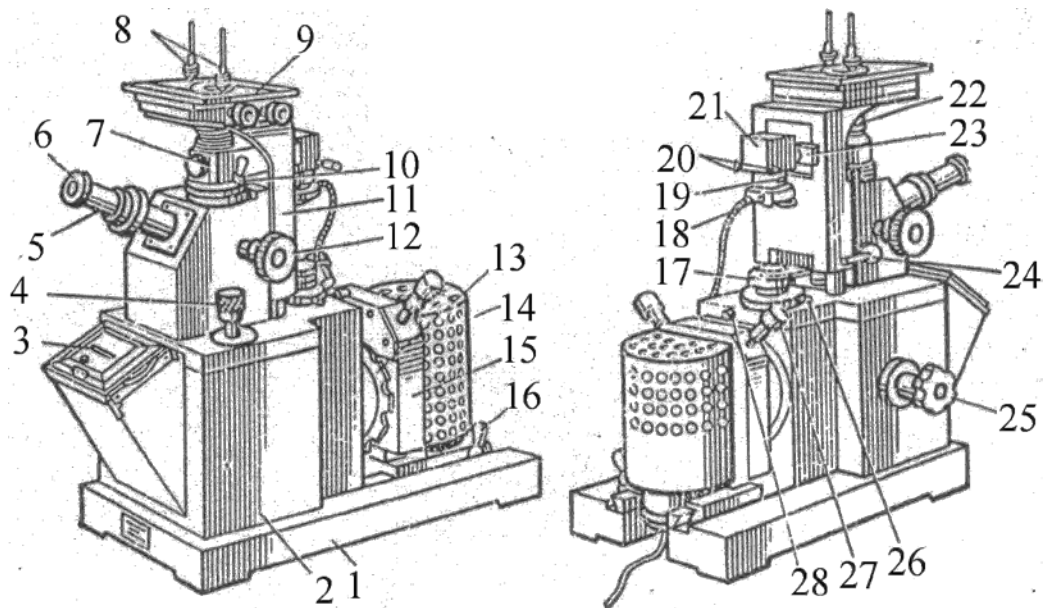


Рис. 2.19. Загальний вигляд мікроскопа МІМ-7:

- 1 - основа; 2 - корпус; 3 - фоторамка; 4 - мікрогвинт; 5 - тубус; 6 - окуляр;
 7 - ілюмінатор; 8 - тримач шліфу; 9 - предметний столик; 10 - рукоятка;
 11 - рухливий кронштейн; 12 - макрогвинт; 13 - диск; 14 - ліхтар;
 15 - освітлювач; 16 - затискний гвинт; 17 - апертурна діафрагма;
 18 - фотозатвір; 19 - польова діафрагма; 20 - центруючі гвинти; 21 - кожух;
 22 - об'єктив; 23 - рамка з лінзами; 24 - затискний гвинт; 25 - рукоятка;
 26 - гвинт зміщення діафрагми; 27 - гвинти для настройки; 28 - фіксатор

У центрі предметного столика установлюють змінні підкладки з отворами різного діаметру. Досліджуваний зразок установлюється на підкладку напроти отвору полірованою частиною вниз. Переміщення зразка можна робити за допомогою гвинтів, які дозволяють переміщати предметний столик із зразком у двох взаємоперпендикулярних горизонтальних площинах і подивитися мікроструктуру зразка в різних ділянках.

Для наводки на різкість мікроскоп має макро- і мікрогвинти. Обертаючи гвинт, ми переміщуємо предметний столик у із зразком відносно об'єктива у вертикальній площині. При одному оберті макрогвинта предметний столик переміщується на кілька сантиметрів, що дозволяє робити грубу наводку на різкість. Більш точну наводку на різкість здійснюють за допомогою мікрогвинта, один оберт якого переміщає предметний столик на 0,1-0,2 мм.

Чим більше збільшення об'єктива, тим менша відстань між шліфом і об'єктивом.

За будовою металографічні мікроскопи діляться на вертикальні та горизонтальні. У вертикальних мікроскопах предметні столики можуть установлюватися вище об'єктива або нижче. При низькорозташованому предметному столику зразок укріплюється на скляній або металевій пластинці за допомогою пластиліну та спеціального пресу таким образом, щоб полірована поверхня мікрошліфа знаходилась у горизонтальній площині.

Сучасні світлові металографічні мікроскопи дозволяють досліджувати металеві зразки в темному або світлому полі, при вертикальному або косому

освітленні, а також у поляризованому світлі. Є можливість робити фотографування на фотопластинки або на роликову фотоплівку.

Для одержання більших збільшень, ніж на світловому мікроскопі, застосовуються електронні мікроскопи, які використовують пучок електронів, що мають більш коротку, ніж у світла, довжину хвилі, яка залежить від швидкості польоту електронів.

2.4. ОБЛАДНАННЯ, МАТЕРІАЛИ ТА ІНСТРУМЕНТИ

Металографічні мікроскопи МИМ-7; колекція зразків мікрошліфів для проведення мікроаналізу, альбом з фотографіями мікроструктур.

2.5. ПОСЛІДОВНІСТЬ ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Коротко описати побудову та принцип дії металографічного мікроскопа.
2. Вибрати збільшення мікроскопа (об'єтив і окуляр), користуючись даними таблиці 2.1.

Таблиця 2.1.

Збільшення мікроскопа МИМ-7 при візуальному спостереженні

Об'єктиви	Окуляри			
	7х	10х	15х	20х
Для світлого і темного поля				
8,6х(F=23,2; A=0,17)	60	90	130	170
14,4х(F=13,89; A=0,30)	100	140	200	300
25,4х(F=8,16; A=0,37)	170	240	360	500
32,5х(F=6,16; A=0,37)	250	20	500	650

3. В отвір візуального тубуса вставити окуляр.
4. Відкрити затискний гвинт і обертанням мікрометричного гвинта підняти предметний столик. Вставити об'єкт у посадочний отвір, розташований у верхній частині ілюмінатора тубуса.
5. У вікно предметного столика вставити підкладку з потрібним отвором у залежності від розмірів шліфу.
6. Обертанням мікрометричного гвинта опустити предметний столик до співпадання риски на кронштейні предметного столика з точкою на корпусі мікроскопа.
7. При допомозі гвинтів установити предметний столик у такому положенні, щоб об'єтив був у центрі отвору підкладки.
8. Помістити шліф, що досліджується, полірованою і протравленою поверхнею вниз на підкладку предметного столика (над об'єктивом).
9. Візуальний тубус зсунути до упору.
10. Спостерігаючи в окуляр, обертанням мікрометричного гвинта зробити грубе фокусування.

11. Гвинтом закріпити предметний столик в установленому положенні.
12. Спостерігаючи окуляр, обертанням мікрометричного гвинта зробити точне фокусування.
13. Спостерігаючи в окуляр, за допомогою гвинтів пересовувати предметний столик і розглянути структуру в різних зонах шліфу.
14. Зарисувати мікроструктуру приготовленого зразка в нейтральному стані також при всіх збільшеннях.

2.6. ЗМІСТ І ВИМОГИ ДО ЗВІТУ

У звіті необхідно:

1. Вказати номер і назву лабораторної роботи.
2. Сформулювати мету роботи.
3. Стисло охарактеризувати методику мікроскопічного аналізу на металографічному світловому мікроскопі МИМ-7.
4. Замалювати й описати структуру нетравленого й травленого мікрошліфа.

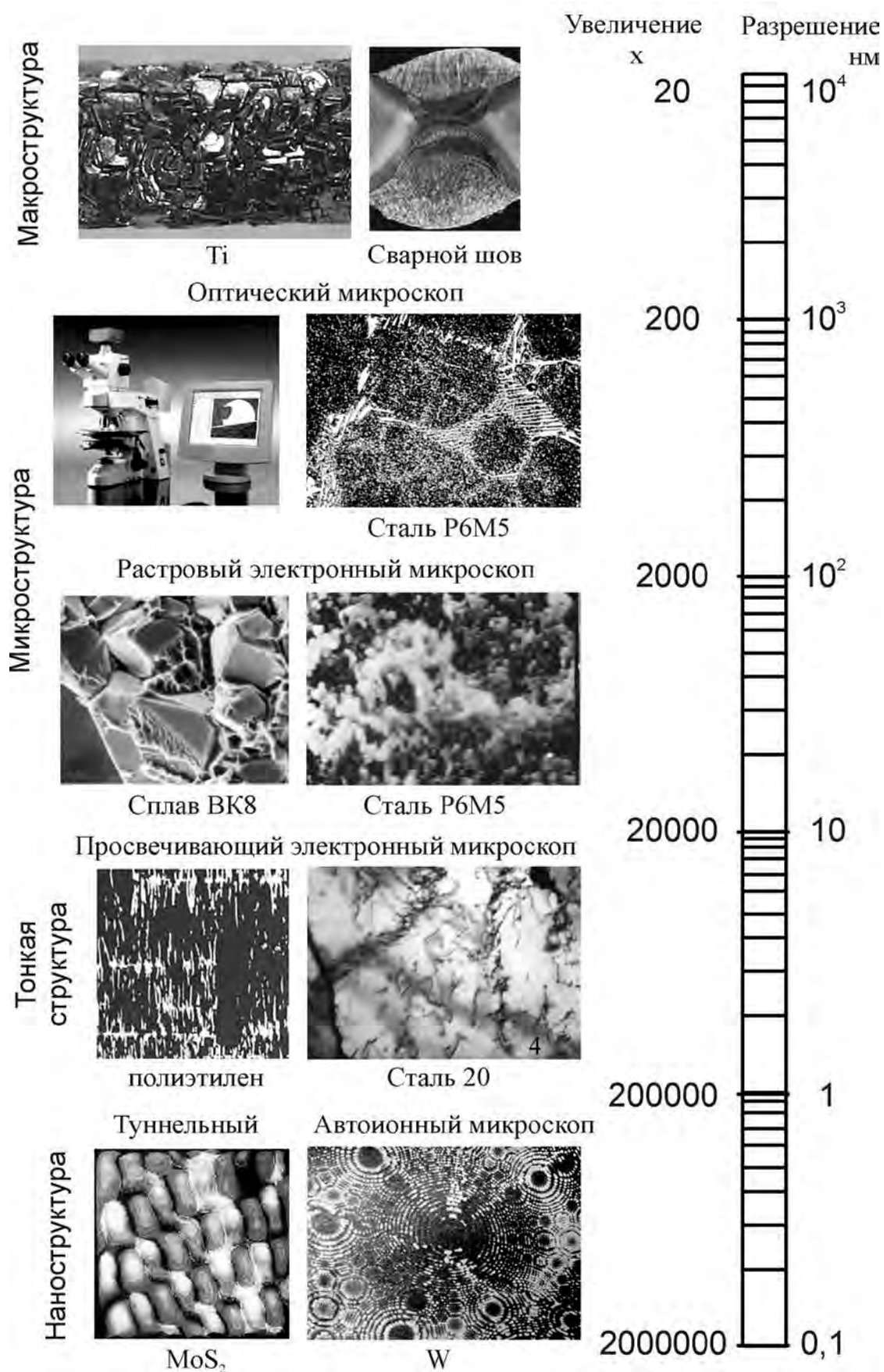
2.7. КОНТРОЛЬНІ ПИТАННЯ

1. В яких променях досліджується структура непрозорих матеріалів?
2. Яка границя корисного збільшення оптичного мікроскопа?
3. З яких систем складається металографічний мікроскоп?
4. Яке зображення отримується в системі об'єктива?
5. Яке зображення отримується в системі окуляра?
6. Яке кінцеве зображення отримується в мікроскопі?
7. Який принцип збільшення об'єктива?
8. Який принцип збільшення окуляра?
9. У чому виявляється сферична аберація?
10. У чому виявляється хроматична аберація?
11. Які деталі металографічного мікроскопа відносяться до оптичної системи?
12. Які деталі металографічного мікроскопа відносяться до освітлювальної системи?
13. Які деталі металографічного мікроскопа відносяться до механічної системи?
14. Призначення макрогвинта.
15. Призначення мікрогвинта.
16. Призначення польової діафрагми.
17. Призначення апертурної діафрагми.
18. Призначення колектора.
19. Призначення світофільтрів.
20. Призначення гвинтів переміщення столика.
21. Чим можна змінити освітленість поля зору?
22. Чим можна навести різкість зображення?
23. Чим можна плавно змінити поле зору, яке вивчається, на шліфі?
24. Як отримати монохроматичне світло в мікроскопі?

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Материаловедение: Практикум / А.П. Клименко, В.И. Овчаренко, В.В. Трофименко. - Днепропетровск: Пороги, 2011. - 186 с.
2. Методичні вказівки з дисципліни “Матеріалознавство” лабораторного практикуму з розділу “Макроструктурний аналіз матеріалів” для студентів I-III курсів механічних і технологічних спеціальностей / Укл.: Трофименко В.В., Гірін О.Б. – Дніпропетровськ: УДХТУ, 2000. - 26 с.
3. Методичні вказівки з дисципліни “Матеріалознавство” лабораторного практикуму з розділу “Мікроструктурний аналіз матеріалів” для студентів I-III курсів механічних і технологічних спеціальностей / Укл.: Трофименко В.В., Гірін О.Б. - Дніпропетровськ: УДХТУ, 2000. - 32 с.
4. Лаборатория металлографии: Учебн. пособие. Изд. 2-е перераб. и доп. Е.В. Панченко, Ю.А. Скаков, Б.И. Кример и др. - М.: Металлургия, 1965. - 440 с.
5. Гуляев А.П. Металловедение: Уч-к для вузов. Изд. 6-е перераб. и доп. - М.: Металлургия, 1986. - 544 с.
6. Материаловедение: Уч-к для вузов. Изд. 3-е перераб. и доп. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2004. - 736 с.
7. Технологія конструкційних матеріалів. Практикум: Навч. посібник / В.М. Плескач, І.П. Волчок. - Запоріжжя: Дике Поле, 2007. - 168 с.
8. Технологія конструкційних матеріалів і матеріалознавство: Практикум: Навч. посібник / Василь Попович та інші. - Львів: Видавництво “Папуга”, 2004. - 422 с.
9. Материаловедение. Методы анализа, лабораторные работы и задачи. Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. - М.: Металлургия, 1984. - 384 с.
10. ГОСТ 10243-75. Сталь. Методы испытаний и оценки макроструктуры.
11. ДСТУ Метали. Види поверхонь руйнування (зломів). Терміни та визначення.
12. ГОСТ 8233-56. Сталь. Эталоны микроструктуры.

Додаток А



Структурні рівні матеріалів [1]

