

Лабораторная  
работа №1



# Лабораторная работа №1

Автор: доц. Глушкова Д.Б.  
Lab1\_1M\_TKMIM\_GDB\_06.02.15

# ИЗУЧЕНИЕ МАКРОСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

***Цель работы*** – освоить методы макроанализа и уяснить влияние макроструктуры на свойства металлов и сплавов.

## ***Приборы и материалы:***

Стальные образцы для приготовления макрошлифов и серных отпечатков.

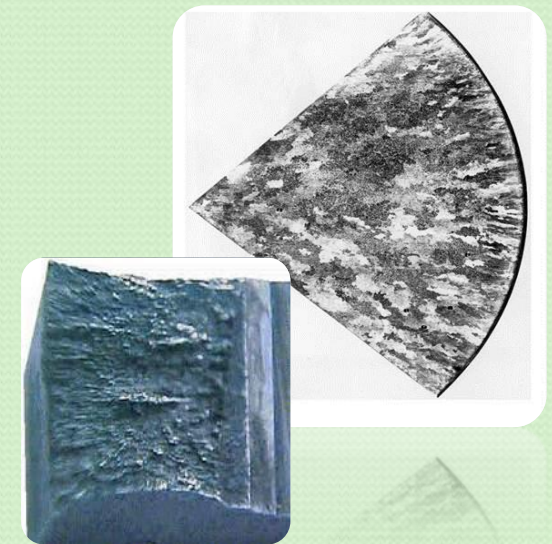
Изломы деталей и образцов.

Фотобумага.

Травитель.

Шлифовальная бумага.

Фильтровальная бумага.





## Теоретические сведения

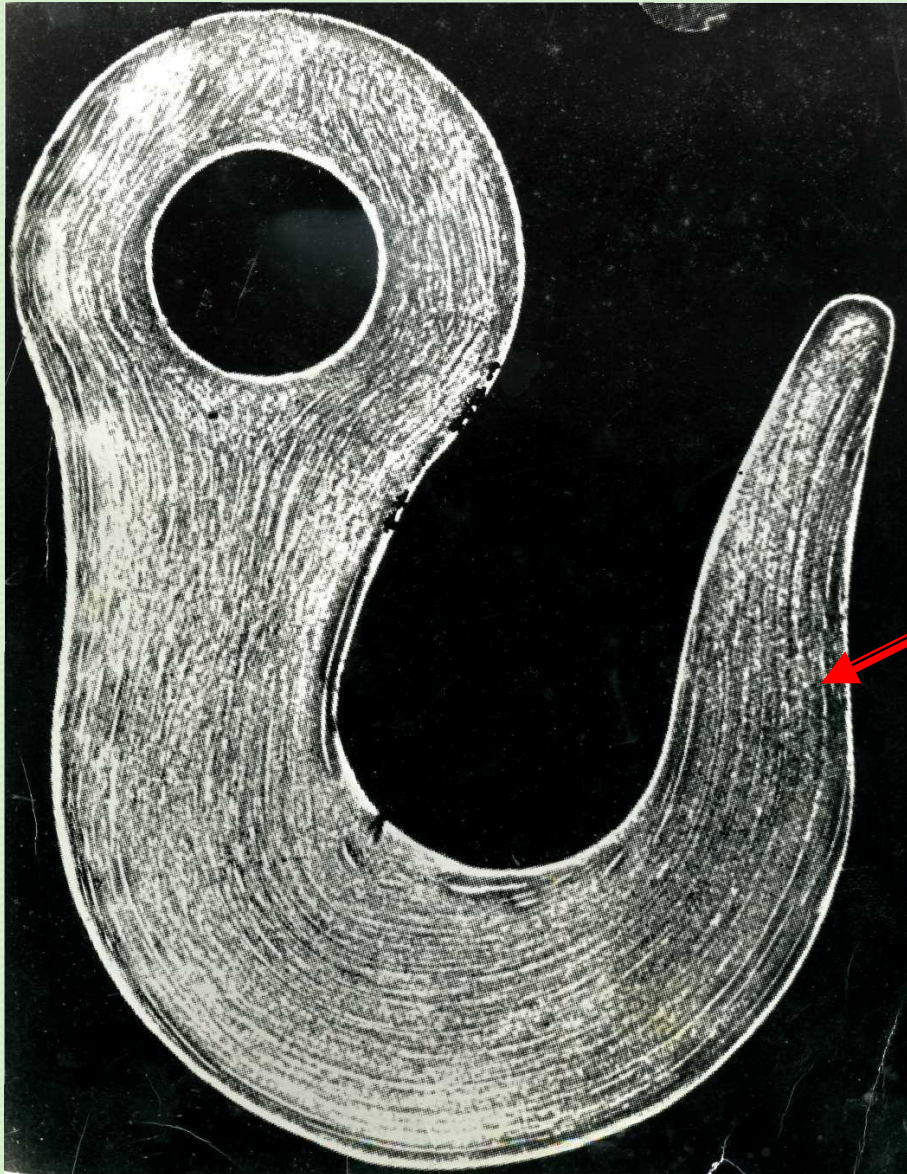
**Макроанализ** состоит в изучении строения металла невооруженным глазом, а также с помощью лупы при небольших увеличениях (до 30 раз). Это позволяет наблюдать одновременно большую поверхность заготовки или детали и получить общие сведения о качестве материала, а также выбрать участки для микроскопического анализа. Существует два метода выявления макроструктуры: травления и изломов.

### Метод травления

Изучению структуры предшествует приготовление макрошлифа. Методом травления можно установить:

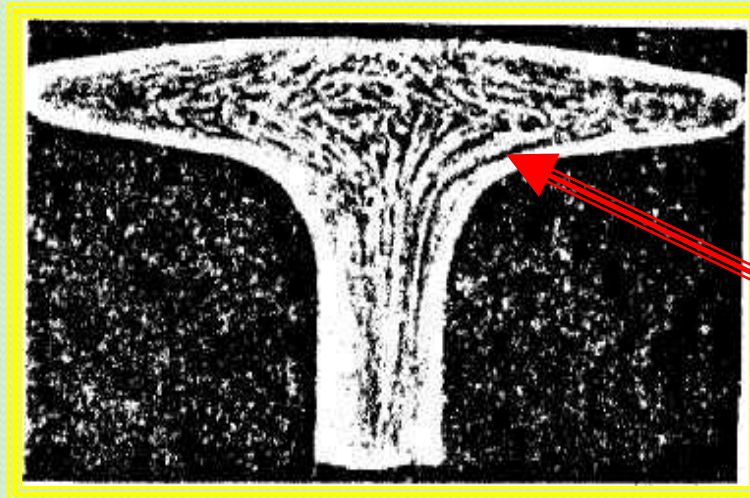
- нарушение сплошности металла, усадочную рыхлость, газовые пузыри, раковины, пустоты в литом металле;
- непровары в сварных соединениях;
- неоднородность строения сплава, волокнистую структуру, образующуюся в процессе пластической деформации;





**Волокнистая  
структура**





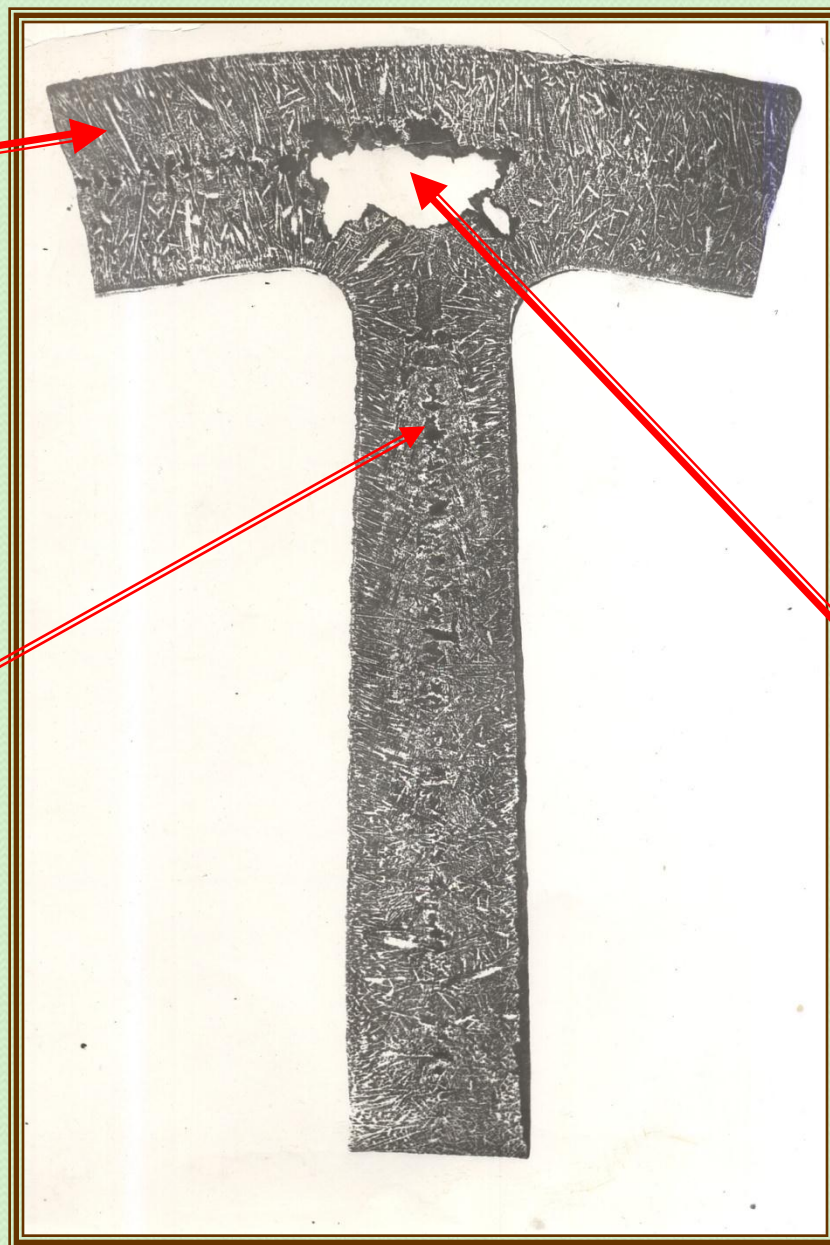
волокна

## Макроструктура штампованного клапана

- наплавленные или заваренные зоны;
- химическую неоднородность в распределении некоторых элементов (серы, фосфора, углерода и др.) - ликвацию;
- неоднородность структуры детали, полученную в результате термической или химико-термической обработки (зоны поверхностной закалки, цементации, обезуглероживания стали и др.).

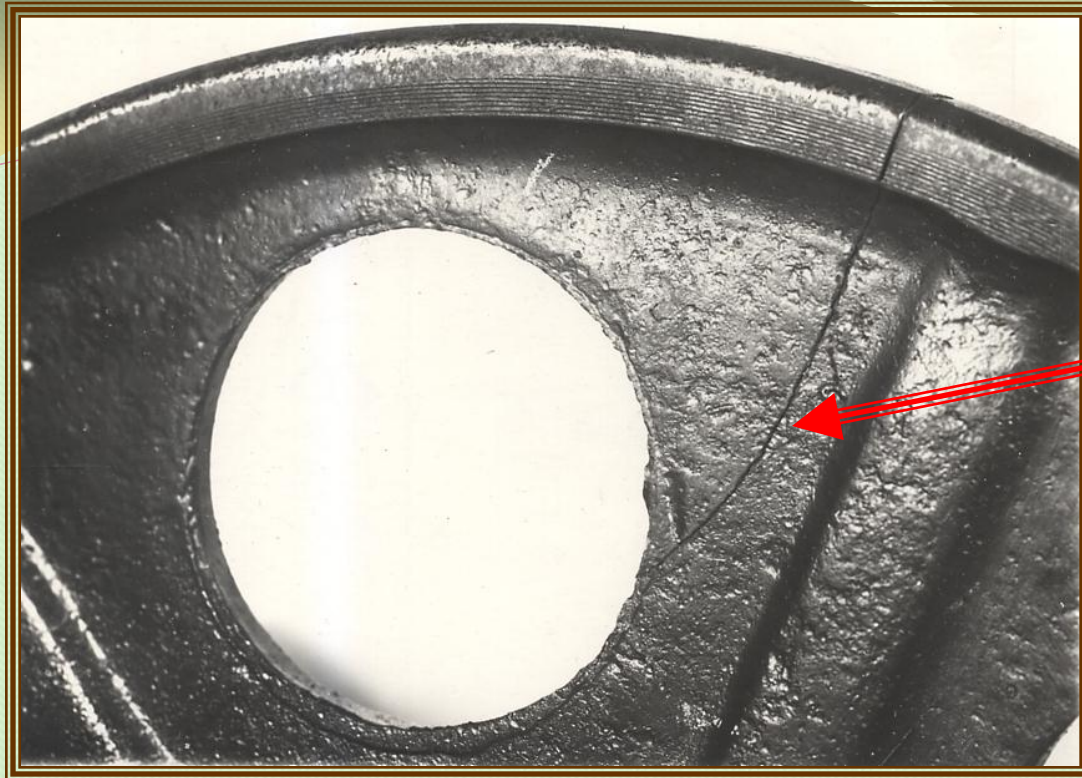
**Дендриты**

**Осевая  
пористость**



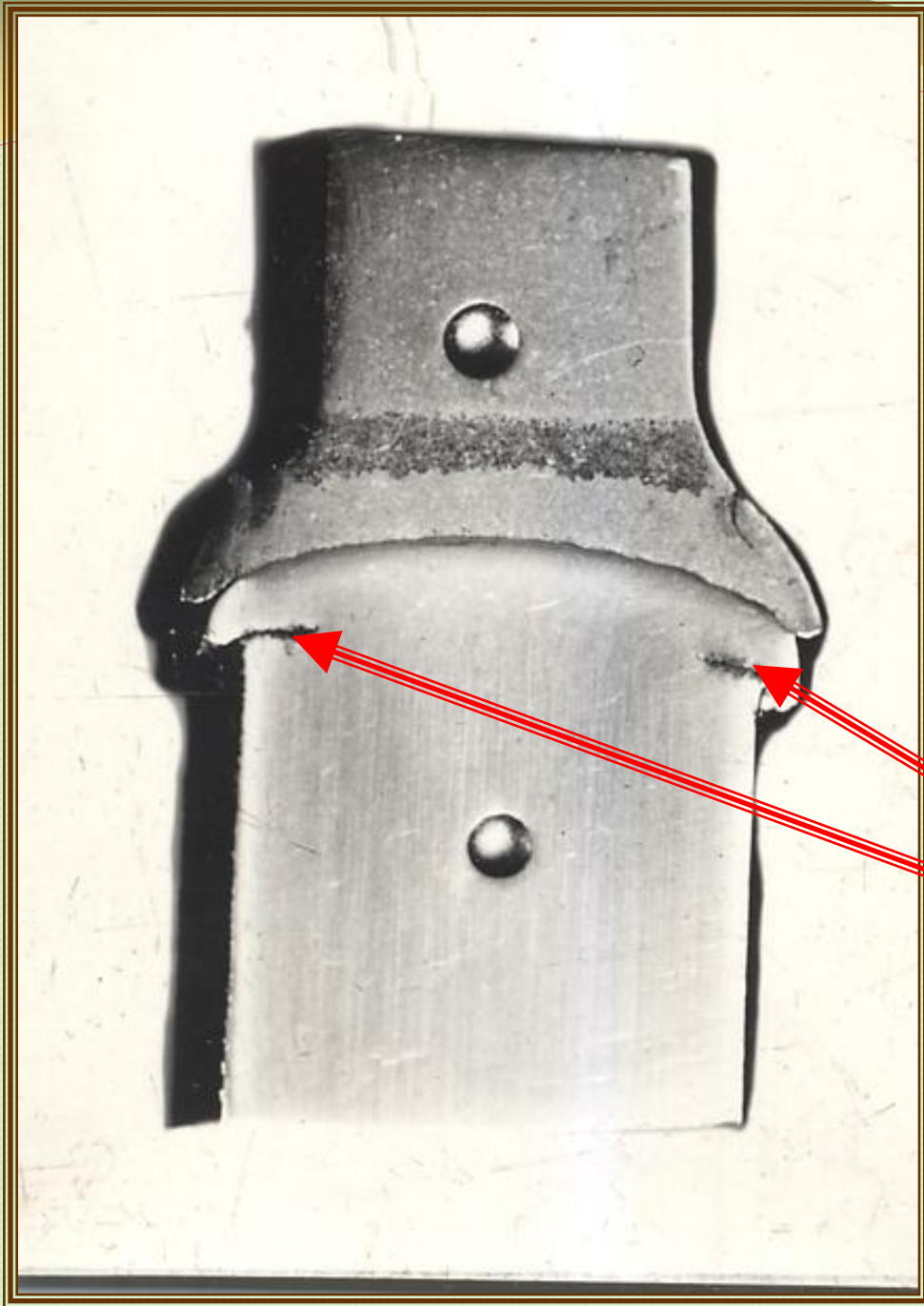
**Литейная  
раковина**





**Литейные  
трещины**



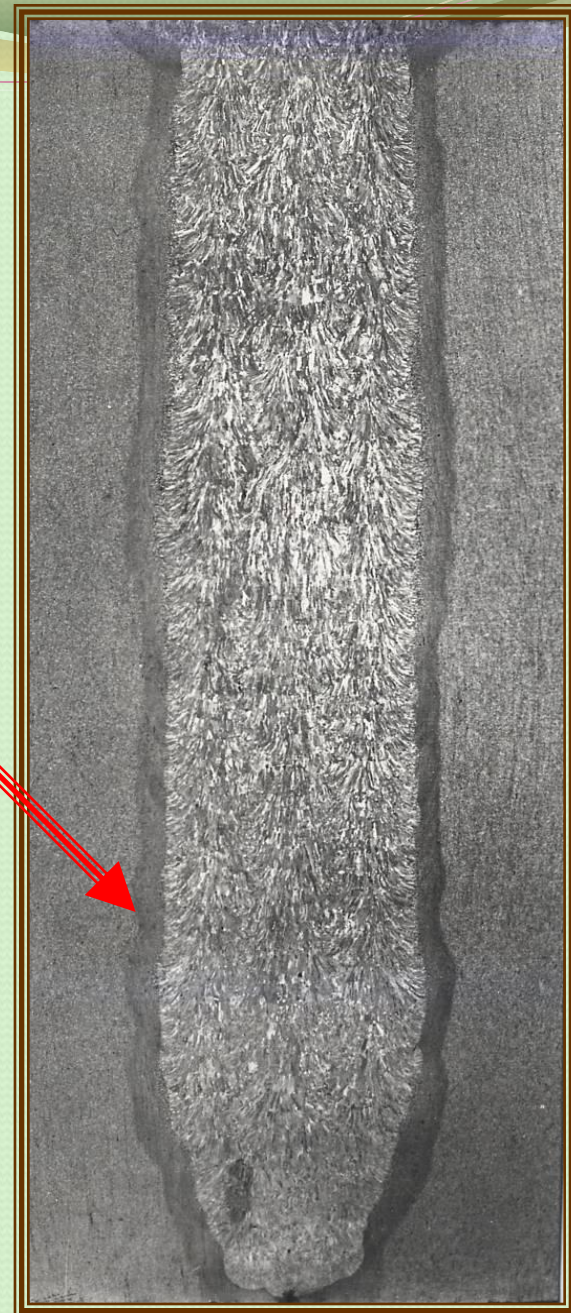


**Сварное  
соединение,  
полученное  
сваркой трением**

**Сварочные  
трещины**

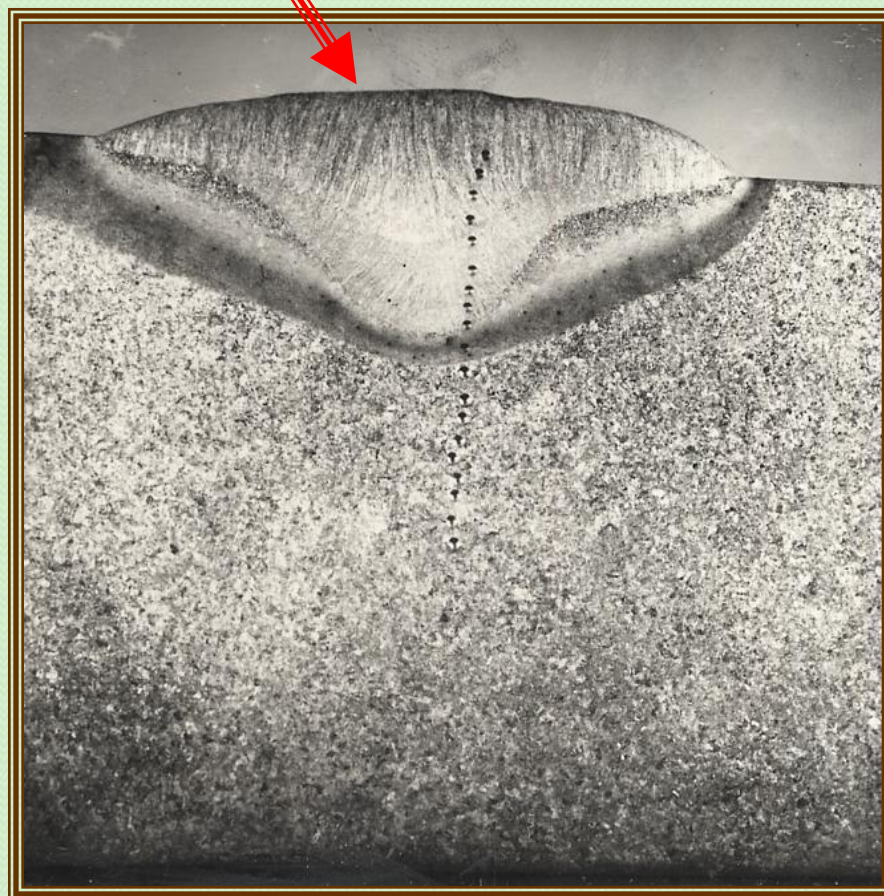


**Зона  
термического  
влияния в  
сварном шве**

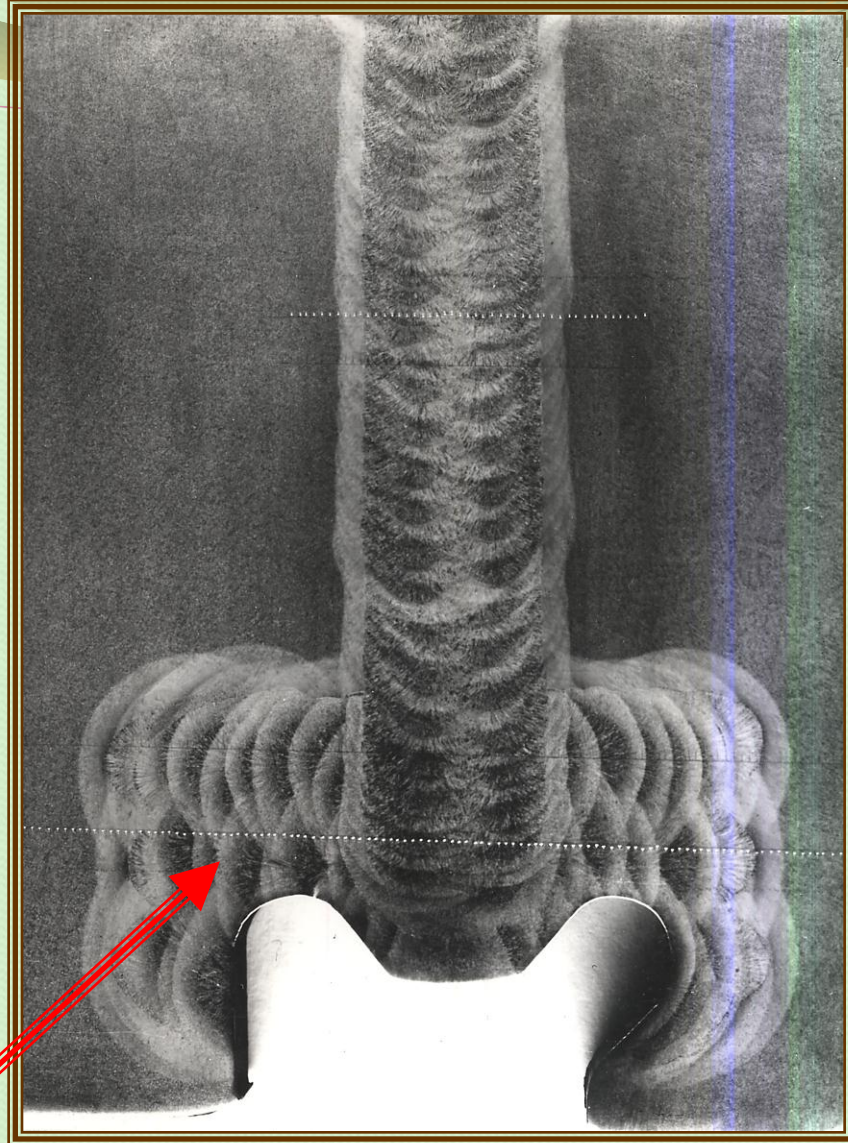
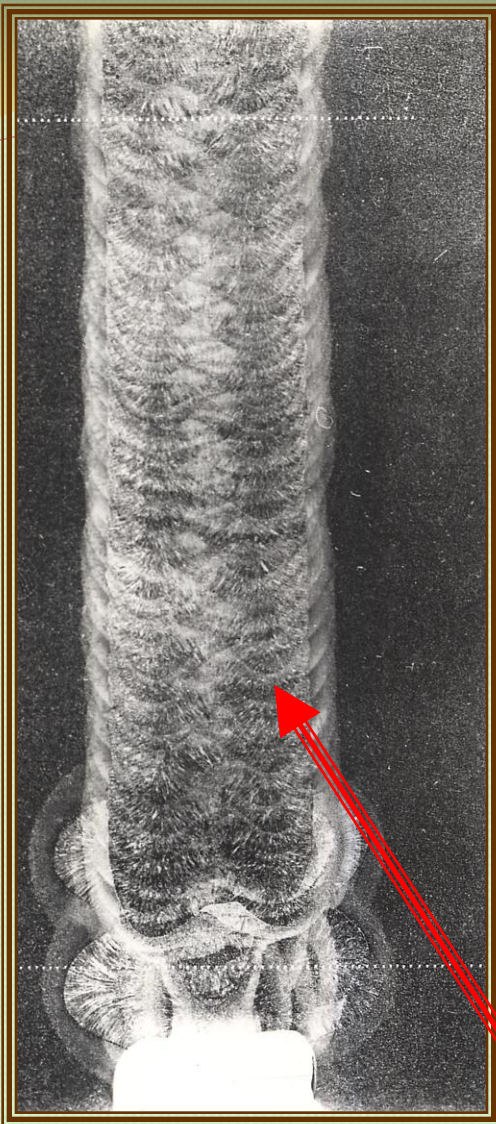




## Наплавленный металл



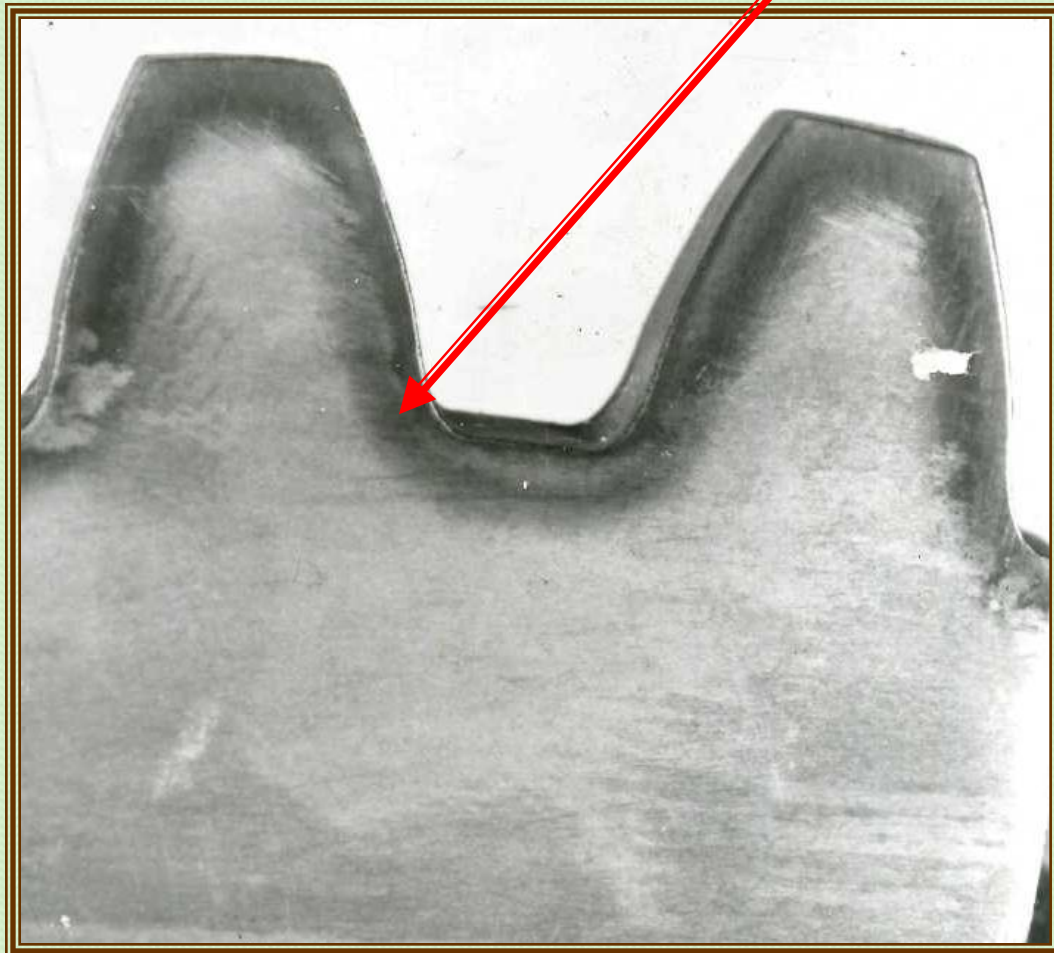




**Структура наплавленного  
металла**



**Цементованный слой  
(насыщенный углеродом)**



**Шестерня  
после  
цементации**



В зависимости от сорта металла, характера выявляемых дефектов и особенностей строения материала применяются различные травители. Наиболее распространенным для железоуглеродистых сплавов является 15%-й водный раствор персульфата аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ .

Характер ликвации серы определяется следующим способом. Засвеченная фотобумага пропитывается 5%-м водным раствором серной кислоты, прикладывается к поверхности исследуемого макрошлифа и после небольшой выдержки фиксируется в закрепителе. В результате взаимодействия сернистых соединений, находящихся в сталях и чугунах, с серной кислотой образуется сероводород, который вступает в реакцию с бромистым серебром фотоэмульсии и образуется сернистое серебро  $\text{Ag}_2\text{S}$  темного цвета

$$\text{FeS}(\text{MnS}) + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{FeSO}_4(\text{MnSO}_4) + \text{H}_2\text{S}$$


По расположению темных пятен судят о степени ликвации серы. Аналогично выявляется и ликвация фосфора, пятна от которого на отпечатке имеют более светлый вид.



## Метод изломов

Во многих случаях необходимые сведения о качестве материала, характере разрушения, размере зерна, особенностях выплавки и литья можно получить, изучая свежие изломы. Различают кристаллический блестящий, матовый волокнистый и смешанный изломы.

**Кристаллический излом** – результат хрупкого разрушения, происходящего под влиянием нормальных напряжений. Кристаллический излом характеризуется отдельными, легко различимыми микросколами, которые дают в совокупности блестящий фон без заметных признаков деформации образца по месту излома. По виду кристаллического излома можно ориентировочно судить о величине зерна.

Если в сечении разрушенного образца наблюдаются очень крупные зерна диаметром около 1 мм, то это камневидный излом, указывающий на значительный перегрев металла. Камневидный излом наблюдается у изделий, длительное время находившихся при высоких температурах (до 1300 °С) и не подвергавшихся горячей пластической деформации. Если крупнокристаллический излом окислен, то он характеризует пережог металла.





**Камневидный излом**





**Матовый (вязкий излом)**



**Матовый излом характерен для вязких материалов и является следствием пластической деформации, которая предшествует и сопровождает процесс разрушения.**

**В результате пластической деформации на поверхности излома появляются очень мелкие уступы - волокна.**

**В практике чаще всего встречается смешанный излом: в одних участках - кристаллический блестящий, а в других - волокнистый матовый.**

**Различают межкристаллитный и транскристаллитный излом. При межкристаллитном разрушении трещина проходит по границам зерна, а при транскристаллитном - по телу зерна. Межкристаллитное разрушение всегда является хрупким. Транскристаллитное - может быть как вязким, так и хрупким. По виду излома можно выявить транскристаллизацию, т.е. наличие столбчатых кристаллов по всему сечению отливки и отсутствие зоны равноосных кристаллов в ее центре.**

**По излому можно определить вид чугуна. Белый чугун (весь углерод находится в виде цементита) имеет излом белого цвета. Серый или графитизированный чугун (углерод весь или частично находится в виде графита) имеет излом серого цвета. В отбеленном чугуне можно наблюдать как белую, так и серую зоны.**



**Большое значение имеет оценка вида излома деталей, которые разрушились в процессе эксплуатации.**

**В деталях, работающих при многократных переменных, и, особенно, знакопеременных нагрузках имеет место усталостное разрушение.**

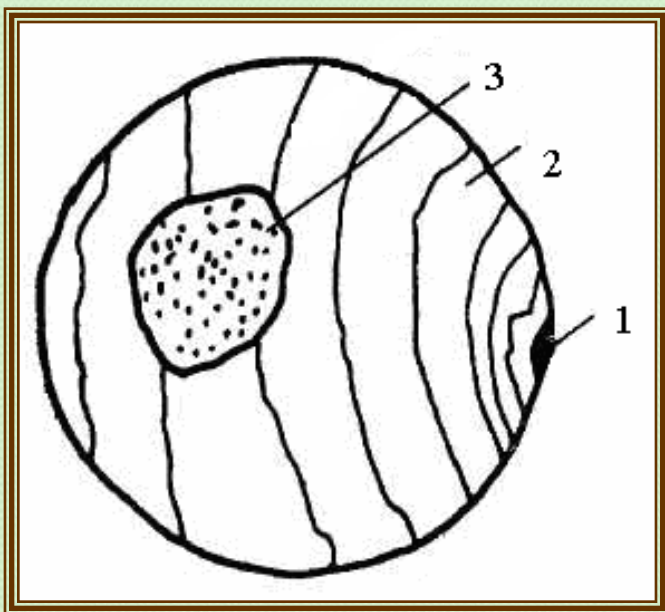
**Более 80% всех разрушений деталей машин - это разрушение от усталости.**

**Усталостное разрушение начинается с появления в поверхностном слое изделия субмикроскопической трещины в местах концентрации напряжений возле дефектов конструктивного (острый надрез, отверстие), технологического (раковина, шлаковое включение) или монтажного (риска, перекося, забоина) происхождения. Трещина в процессе эксплуатации детали постепенно развивается, а когда действующие напряжения в оставшемся сечении превысят временное сопротивление разрушению (предел прочности), произойдет мгновенное разрушение - долом изделия.**



Для усталостных изломов характерно наличие нескольких отличающихся по своему строению зон:

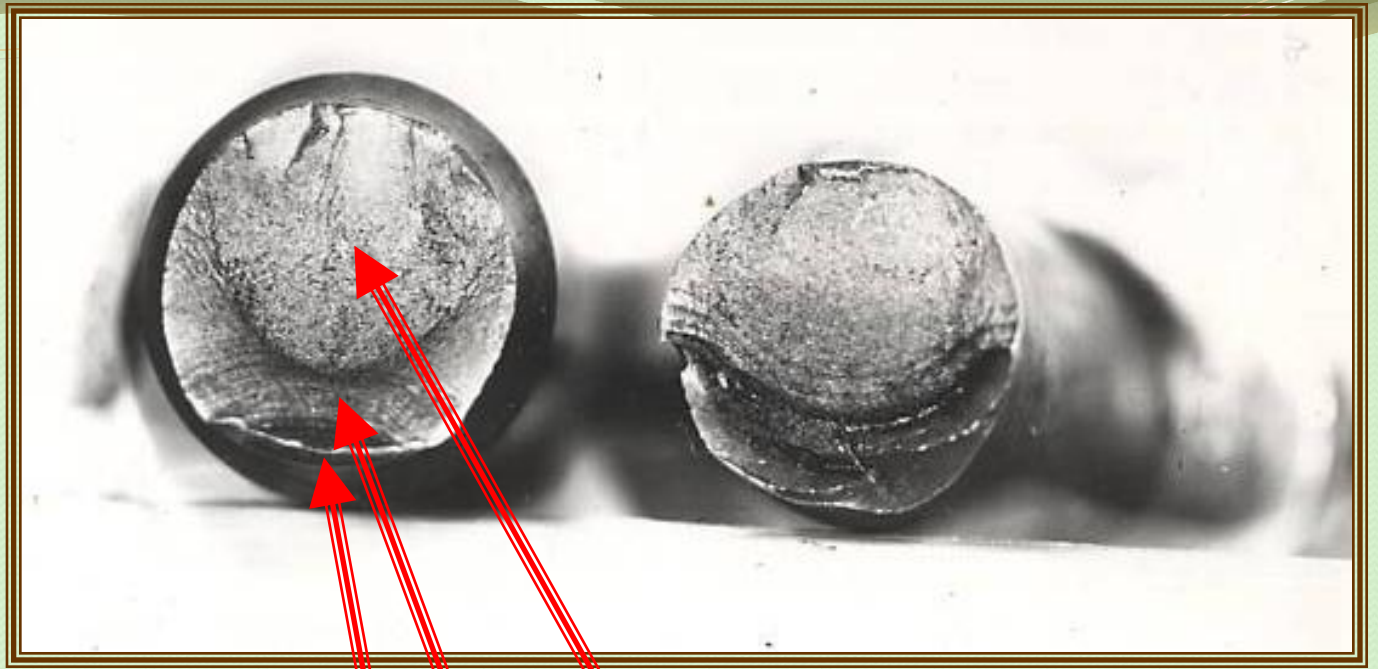
- Очаг возникновения микротрещины.
- Зона усталости - участок постепенного развития микротрещины. Зона имеет заглаженную поверхность с так называемыми усталостными полосами - следами скачкообразного перемещения усталостной трещины по сечению изделия.
- Зона долома. Разрушение в этой области может быть как хрупким, так и вязким в зависимости от свойств материала.



**Усталостный излом:** 1 – очаг; 2 – зона развития усталостной трещины; 3 – зона долома;

При высоких значениях действующих напряжений зона долома занимает большую часть излома. Уменьшение напряжений расширяет зону усталости и сокращает зону долома.





**Зона долома**

**Зона усталости**

**Очаг**



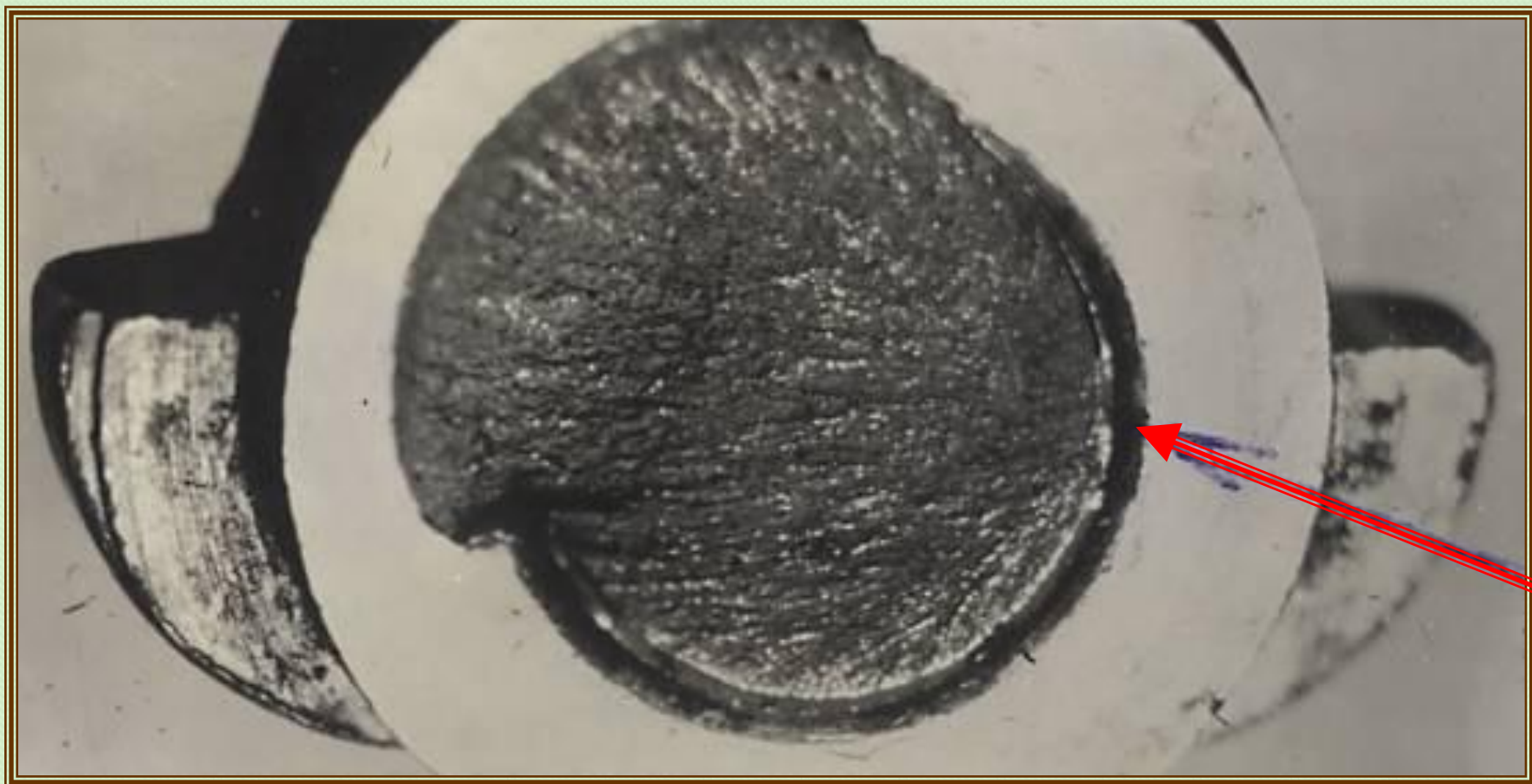
**Усталостные изломы**



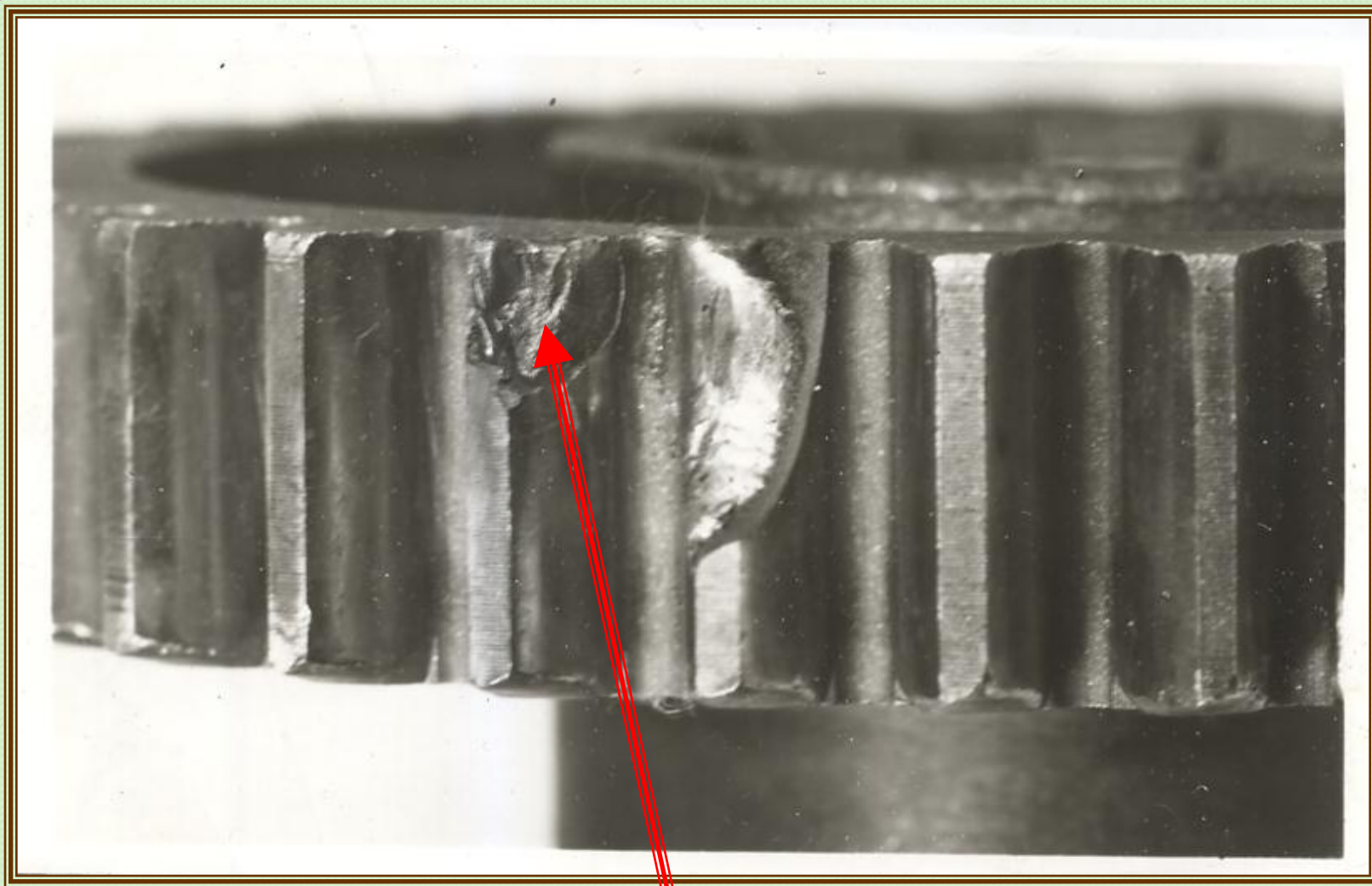


**Усталостные изломы**





**Усталостный излом**



**Усталостный излом зуба  
шестерни**



## Порядок выполнения работы

- 1) Приготовить микрошлифы: образцы шлифовать, протравить, промыть и просушить.
- 2) Зарисовать полученные макроструктуры и описать их.
- 3) Получить серный отпечаток с макрошлифа и описать степень ликвации серы.
- 4) Рассмотреть изломы, зарисовать их и дать оценку.
- 5) Оформить отчет по работе, который должен включать: цель работы, краткое изложение ее содержания, рисунки различных видов изломов с их описанием, рисунки макрошлифов с их описанием, серный отпечаток с указанием характера ликвации серы.

## Контрольные вопросы

- 1) Что такое макроструктура?
- 2) Какими методами изучают макроструктуру?
- 3) Какие сведения о металле получают, используя метод травления?
- 4) Какие травители применяют для выявления макроструктуры?
- 5) Как изучают ликвацию серы и фосфора
- 6) Какие сведения получают, изучая вид излома?
- 7) Какой излом называется камневидным?
- 8) Какой вид имеет излом при хрупком разрушении?
- 9) Какой вид имеет излом при вязком разрушении?
- 10) Какие особенности усталостного разрушения?



# ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ С ПОМОЩЬЮ ОПТИЧЕСКОЙ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ (МИКРОАНАЛИЗ)

***Цель работы*** – изучить устройство и принцип работы металлографического и электронного микроскопов, освоить методику приготовления микрошлифов.

## ***Приборы и материалы:***

Металлографический и электронный микроскопы.  
Набор образцов для приготовления микрошлифов  
Набор шлифовальной бумаги.  
Полировальный станок.  
Набор алмазных паст.



## Теоретические сведения.

Металлографический микроскоп представляет собой систему линз, позволяющих получить увеличенное изображение микроструктуры. Основные характеристики микроскопа – разрешаемое расстояние и полезное увеличение.

Разрешаемое расстояние микроскопа – наименьшее расстояние между двумя точками, на котором они видны отдельно, т.е. тот наименьший размер элемента структуры, который можно увидеть с помощью данного прибора.

Математически разрешаемое расстояние определяется как:

$$d = \frac{0.5\lambda}{n \cdot \sin\alpha}$$

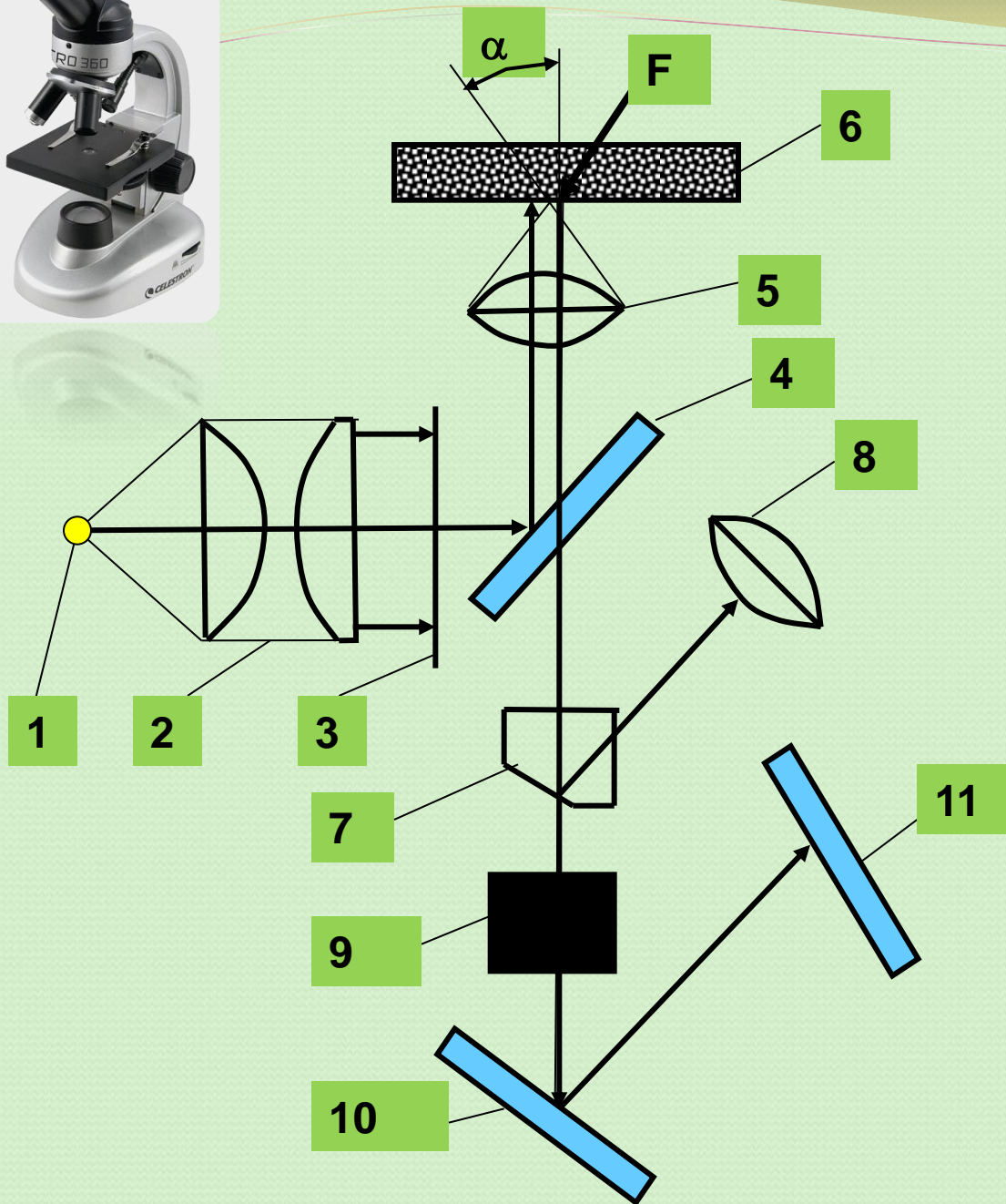
(1)

где  $\lambda$  - длина волны излучения, в котором ведется наблюдение;

$n$  - показатель преломления среды между объектом и объективом;

$\alpha$  - апертурный угол. Величина, обратная  $d$ , называется разрешающей способностью микроскопа.





## Схема оптического микроскопа:

1 – источник света; 2 – конденсор; 3 – диафрагма; 4 – полупрозрачная пластина; 5 – объектив; 6 – объект (микрошлиф); 7 – призма; 8 – окуляр; 9 – фотоокуляр; 10 – зеркало; 11 – фотопластина; F- фокус объектива;  $\alpha$  - апертурный угол

Минимальное значение  $d$  оценивают, подставив в формулу (1) следующие значения :  $\lambda = 4 \cdot 10^{-4}$  мм;  $n = 1$  для воздушной среды; максимальный угол  $\alpha = 90^\circ$ .

Получают  $d \sim 0,5\lambda = 2 \cdot 10^{-4}$  мм.

Объект становится видимым для человеческого глаза, если его увеличенный размер не менее 0,2 мм, поэтому полезное увеличение микроскопа определяют из соотношения:

$$V_{\text{пол}} = \frac{0,2}{d} = \frac{0,2}{2 \cdot 10^{-4}} = 1000$$

(2)

Действительное увеличение равно произведению увеличений окуляра и объектива  $V_{\text{действ}} = V_{\text{окул}} \cdot V_{\text{объект}}$ . Лучшие металлографические микроскопы позволяют получить увеличение до 1500.



При металлографическом исследовании образец подготавливают последовательным шлифованием на наждачной бумаге различной зернистости, начиная с грубой и заканчивая самой мелкой. В результате такой обработки поверхность образца покрывается мелкими рисками. Следующая операция - полирование. Она производится на специальных станках с использованием в качестве "абразива" порошков окиси хрома, окиси алюминия либо алмазных паст. После полирования поверхность образца становится зеркальной. Для выявления структуры производится травление полированных объектов. Травителями служат спиртовые или водные растворы различных солей, щелочей и кислот.

В результате действия травителей на поверхности образца появляется рельеф, соответствующий внутреннему строению материала, который изучают с помощью микроскопа. Изготовленный таким образом объект называется металлографическим шлифом.

Уменьшить значение ***d*** можно при использовании вместо видимого света пучка электронов, длина волны которых в сотни тысяч раз короче длины волн видимого света.

Движение любой материальной частицы сопровождается излучением определенной длины волны:

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v}$$

(4)

где ***h*** – постоянная Планка; ***m*** – масса частицы; ***v*** – скорость частицы. Для электронов кинетическая энергия определяется из соотношения:

$$\frac{mv^2}{2} = eU,$$

(5)

где ***e*** – заряд электрона;  
***U*** – потенциал ускоряющего поля.



Если из выражения (4) найти значение  $V$ , и подставить его в (3), то для электронов:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2emU}}$$

Отсюда следует, что чем выше ускоряющее напряжение  $U$ , тем короче длина волны электронов. При ускоряющем напряжении 50 кВ  $\lambda = 0,05 \text{ \AA}$ , т.е. в  $10^3$  раз короче длины волны видимого света. Применение такого коротковолнового излучения позволяет резко уменьшить разрешаемое расстояние (для лучших микроскопов  $d = 3 \cdot 10^{-7} \text{ мм}$ ).

Принципиальная оптическая схема электронного микроскопа отличается от схемы обычного светового микроскопа тем, что все световые оптические элементы заменены электрическими, т.е. источник света - источником электронов, а стеклянные линзы - электромагнитами.

Принцип действия электронного микроскопа следующий. Пучок электронов, эмитируемый катодом, ускоряется мощным электрическим полем и попадает в конденсорную линзу, которая фокусирует его на объект. Пройдя через объект, электроны попадают в объективную линзу, которая дает первое увеличенное изображение объекта. Затем электроны попадают в проекционную линзу, фокусирующую окончательное изображение.

Конечное изображение появляется на флюоресцирующем экране, который светится под действием электронов. Ввиду того, что электроны сильно рассеиваются воздухом, во время работы в колонне микроскопа поддерживается высокий вакуум  $\sim 10^{-5}$  мм рт. ст.

Известны различные методы электронномикроскопических исследований, которые делятся на две группы - прямые и косвенные.

Прямые методы включают исследование самих объектов, прозрачных для электронов (биологические объекты, вирусы, бактерии, очень тонкие металлические фольги).

Косвенные методы заключаются в получении с исследуемой поверхности объектов прозрачных для электронов отпечатков, т.е. исследованию подвергается не сам объект, а снятый с его поверхности отпечаток (реплика), в точности воспроизводящий рельеф образца.



**Рассмотрим метод лаковых отпечатков.**

**На подготовленный металлографический шлиф наносится капля лака (1%-й раствор нитроклетчатки в амилацетате). Высыхая, лак образует на поверхности шлифа тонкую пленку отражающую рельеф поверхности прозрачную для электронов. Затем с помощью 15%-го водного раствора желатины эта пленка отделяется от образца.**

**На этом этапе объект - лаковый отпечаток - приклеен к желатине. Желатина растворяется в горячей воде, а отпечаток вылавливается на специальную сетку и помещается в микроскоп для исследований. Изображение получают за счет неодинакового поглощения электронов толстыми и тонкими участками отпечатка.**

**Малая толщина отпечатка не дает большой контрастности изображения на экране. Для повышения контраста применяют метод оттенения, заключающийся в нанесении на отпечаток тонкого слоя тяжелого металла под углом 45.**

**Осаждаясь на выпуклых частях отпечатка, металл сильно поглощает электроны, и контраст, таким образом, резко возрастает. Оттенение производится в специальных вакуумных камерах.**

Источник  
электронов

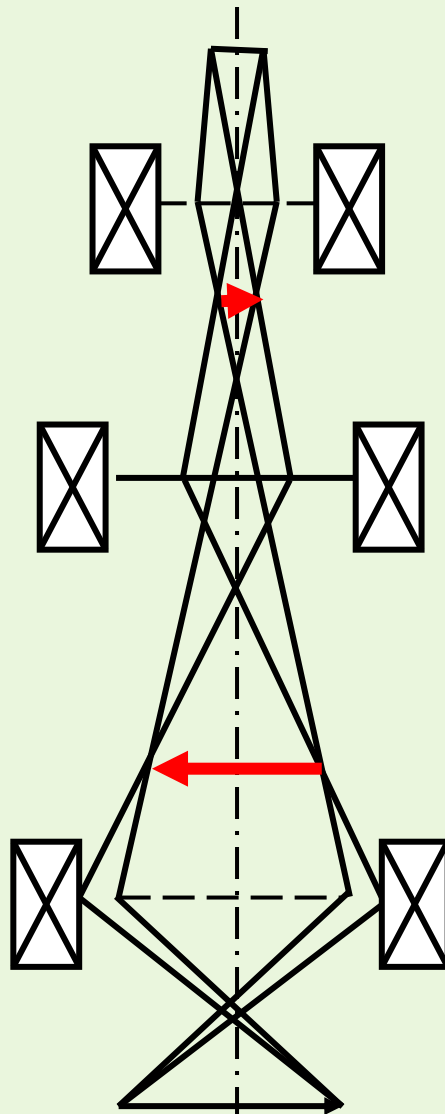
Конденсорная  
линза

Объект

Объективная  
линза

Промежуточное  
изображение

Проекционная  
линза



**Схема  
электронного  
микроскопа**



# Порядок выполнения работы

- 1) Приготовить микрошлиф на образце, выданном преподавателем (прошлифовать на тонкой бумаге, отполировать, протравить).
- 2) Ознакомиться с устройством оптического микроскопа.
- 3) Изучить под оптическим микроскопом и зарисовать вид поверхности микрошлифа после шлифования, полирования и травления.
- 4) Ознакомиться с методикой приготовления лаковых реплик.
- 5) Ознакомиться с работой электронного микроскопа.
- 6) Изучить с помощью электронного микроскопа и зарисовать структуру эвтектоидной стали в отожженном состоянии.
- 7) Оформить отчет по работе, который должен включать: цель работы, краткое изложение ее содержания, рисунки вида поверхности микрошлифа после шлифования, полирования, травления при оптическом увеличении, схемы оптического и электронного микроскопов, рисунок микроструктуры эвтектоидной стали в отожженном состоянии при электронном увеличении

## **Контрольные вопросы**

- 1) Что такое микроструктурный анализ?**
- 2) Как готовят металлографический шлиф?**
- 3) Что такое разрешающая способность микроскопа?**
- 4) Принцип действия оптического и электронного микроскопов.**
- 5) Как готовят объекты для электронномикроскопических исследований?**
- 6) Как определить разрешаемое расстояние микроскопа ?**
- 7) Как определить полезное увеличение микроскопа ?**



## Протокол работы №1

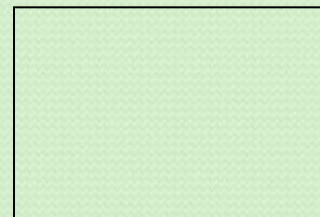
Макроструктура металлов и сплавов  
Изучение макрошлифов(метод травления)



Изучение изломов (метод изломов)



Микроструктура металлов и сплавов



Техническое  
железо

Сталь 40  
отожжённая

Сталь 40  
после закалки

Чугун

# **Порядок выполнения работы**

**1) Устройство и преимущество портативного микроскопа Альта мет.**

**2) Электромикроскопические исследования :**  
**а) методы косвенные;**  
**б) методы прямые.**

**3) Идентификация структуры. Атласы структур для анализа методом сравнения.**



## **НА САМОСТОЯТЕЛЬНУЮ РАБОТУ ВЫНОСЯТСЯ:**

**1) Метод непрерывного индентирования.**

**2) Поверхностная и объемная твердость.**

**3) Зависимость объемной твердости от нагрузки для инденторов различной геометрической формы.**

**4) Определение нанотвёрдости.**