

№ 1754

И.И. Новиков

С.В. Медведева

А.А. Педос

Материаловедение

Лабораторный практикум

УДК 6693017
Н72

Рецензент
кандидат технических наук доцент *А.С. Холин*

Новиков И.И., Медведева С.В., Педос А.А.
Н72 **Материаловедение: Лаб. практикум – М.: МИСиС, 2003. – 117 с.**

Лабораторный практикум содержит описание 12 лабораторных работ, выполняемых в IV семестре студентами специальностей 110200, 110500, 110800, 210200, 330200, 330100 при изучении курса “Материаловедение”. При выполнении лабораторных работ студент получает навыки всестороннего исследования микроструктуры промышленных сплавов, включая определения количественных параметров их микроструктуры со статистической обработкой результатов, а также знакомится с различными методами определения механических и литейных свойств, сплавов.

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие	4
Лабораторная работа 1. Техника микроструктурного анализа.....	5
Лабораторная работа 2. Количественная металлография	15
Лабораторная работа 3. Анализ микроструктур двойных систем с непрерывным рядом твердых растворов.....	23
Лабораторная работа 4. Анализ микроструктур двойных систем эвтектического типа.....	31
Лабораторная работа 5. Анализ микроструктур двойных систем перитектического типа	47
Лабораторная работа 6. Анализ микроструктур двойных систем с ограниченной растворимостью в жидком состоянии	61
Лабораторная работа 7. Анализ микроструктур двойных систем с полиморфным превращением	66
Лабораторная работа 8. Анализ микроструктур сложных диаграмм состояния.....	74
Лабораторная работа 9. Неравновесная кристаллизация в сплавах систем разного типа.....	77
Лабораторная работа 10. Типичные микроструктуры сплавов двойных систем.....	86
Лабораторная работа 11. Методы исследования свойств сплавов	95
Лабораторная работа 12. Зависимость свойств от состава сплава в двойных системах.....	108

ПРЕДИСЛОВИЕ

Лабораторный практикум предназначен для студентов, специализирующихся по материаловедению и термической обработке металлов.

На лабораторных занятиях по материаловедению студент должен получить навыки работы на металлографических микроскопах и приготовления шлифов, научиться предсказывать тип микроструктуры по диаграммам состояния двойных систем, в том числе после неравновесной кристаллизации, а также выявлять структурные составляющие и схематично изображать микроструктуры промышленных сплавов, определять количественные параметры их микроструктуры со статистической обработкой результатов.

Все работы выполняются и оформляются индивидуально. При изучении шлифов под микроскопом, а также при оформлении отчета по работе одновременно с настоящим пособием следует использовать имеющиеся на кафедре учебные атласы микроструктур сплавов.

Студент допускается к лабораторному занятию после представления конспекта теоретического введения и прохождения контроля знаний.

Лабораторная работа 1

ТЕХНИКА МИКРОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

(2 часа)

1.1. Цель работы

Получение навыков приготовления микрошлифов и работы на световом микроскопе.

1.2. Теоретическое введение

1.2.1. Разрешающая способность и увеличение микроскопа

Разрешающая способность глаза ограничена, она характеризуется разрешаемым расстоянием, т.е. тем минимальным расстоянием между двумя соседними частицами, при котором они еще видны раздельно. Разрешаемое расстояние для невооруженного глаза составляет $\sim 0,2$ мм. Чтобы увеличить разрешающую способность, используют микроскоп. Для исследования строения металлов микроскоп был впервые применен в 1831 г. П. П. Аносовым, изучавшим булатную сталь, и позднее, в 1863 г. англичанином Г. Сорби, изучавшим метеоритное железо.

Разрешаемое расстояние определяется соотношением

$$\mu_{\min} = \frac{\lambda}{2n \sin \alpha}, \quad (1.1)$$

где λ – длина волны света, идущего от объекта исследования в объектив; n – показатель преломления среды, находящейся между объектом и объективом; α – угловая апертура, равная половине угла раскрытия входящего в объектив пучка лучей, дающих изображение. Произведение $n \sin \alpha$ называется *числовой апертурой объектива*. Эта важнейшая характеристика объектива выгравирована на его оправе.

У лучших (короткофокусных) объективов максимальный апертурный угол $\alpha \approx 70^\circ$ и $\sin \alpha \sim 0,94$. В большинстве исследований применяют сухие объективы, работающие в воздушной среде ($n = 1$). Для уменьшения разрешаемого расстояния используют иммерсионные объективы. Пространство между объективом и объектом запол-

няют прозрачной жидкостью (иммерсией) с большим показателем преломления. Обычно используют каплю кедрового масла ($n = 1,51$). Если для видимого белого света принять $\lambda = 0,55$ мкм, то минимальное разрешаемое расстояние светового микроскопа

$$\mu_{\min} = \frac{0,55}{2 \cdot 1,51 \cdot 0,94} = 0,2 \text{ мкм.}$$

Таким образом, разрешающая способность светового микроскопа ограничена, прежде всего длиной волны света.

Общее увеличение микроскопа

$$N_{\text{общ}} = N_{\text{об}} \cdot N_{\text{ок}}, \quad (1.2)$$

где $N_{\text{об}}$ и $N_{\text{ок}}$ – увеличение соответственно объектива и окуляра.

Объектив дает увеличенное промежуточное изображение объекта, которое рассматривается в окуляр, как в лупу. Окуляр увеличивает промежуточное изображение объекта и не может повысить разрешающей способности микроскопа. На металлографических микроскопах проводят исследования структуры металлов с увеличениями от 20 до 2000 крат. Основное увеличение (до 100 крат) дает объектив; окуляры увеличивают изображение, сформированное объективом, еще в 7...25 раз. Собственное увеличение окуляра выгравировано на его оправе (например, 10^x).

Рекомендуется начинать микроанализ с использованием слабого объектива, чтобы вначале оценить общий характер структуры на большой площади. После просмотра структуры при малых увеличениях микроскопа выбирают объектив с такой разрешающей способностью, чтобы увидеть необходимые самые мелкие детали структуры.

Окуляр выбирают так, чтобы четко были видны детали структуры, увеличенные объективом. При недостаточном увеличении окуляра самые мелкие детали промежуточного изображения, созданного объективом, не будут увидены в микроскоп и, следовательно, разрешающая способность объектива полностью не будет использована. При слишком большом увеличении окуляра новые детали структуры не выявятся, в то же время контуры уже выявленных деталей окажутся размытыми, а поле зрения станет более узким.

При выбранном объективе рекомендуется взять такой окуляр, чтобы общее увеличение микроскопа находилось в интервале 500...1000 А. Более высокое увеличение микроскопа, не выявляя новых деталей структуры, ухудшает резкость изображения.

1.2.2. Микроскоп ЕС МЕТАМ РВ

В металлографии микроанализу подвергаются непрозрачные для световых лучей объекты – микрошлифы, которые рассматривают в микроскоп в отраженном свете. Микрошлифом называется образец, часть поверхности которого является плоской и отполированной.

Металлографические микроскопы по конструктивному выполнению делятся на вертикальные и горизонтальные. Общим для них является верхнее расположение предметного столика; расположение же основных узлов – различное.

Вертикальный металлографический микроскоп ЕС МЕТАМ РВ дает увеличение от 50 до 1000 крат.

В этом микроскопе (рис. 1.1) свет лампы 1 проходит через коллектор (собирающую линзу) 2, теплофильтр 3, светофильтр 4, осветительную линзу 5, ирисовую диафрагму 6, попадает на полупрозрачный плоскопараллельный отражатель 7. Часть светового потока проходит через него и рассеивается в микроскопе, а часть лучей отражается вверх от отражателя, проходит через объектив 8 и через отверстие в предметном столике 9 попадает на шлиф 10.

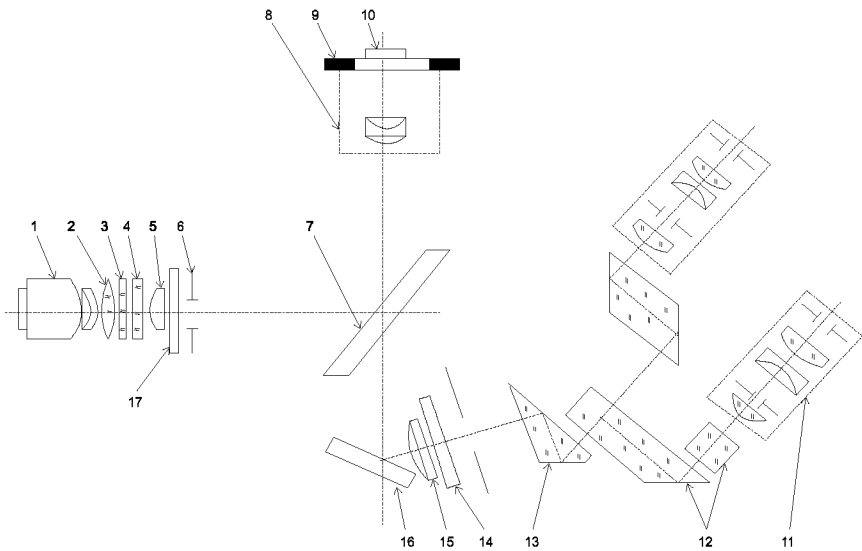


Рис. 1.1. Оптическая схема микроскопа ЕС МЕТАМ РВ

Плоскость шлифа должна быть перпендикулярна главной оптической оси микроскопа. Чтобы проще выполнить это условие, в совре-

менных металлографических микроскопах шлиф устанавливают над объективом. Для этого шлиф 10 ставят полированной поверхностью вниз на предметный столик 9, расположенный над объективом 8. Отраженные от шлифа лучи проходят через объектив 8, через полупрозрачный отражатель 7, пропадают на зеркало 16, и сводятся линзой 15 в фокальную плоскость окуляра 11. С помощью призмы 13 изменяется направление оптической оси микроскопа. Призмный блок 12 бинокулярной насадки разделяет пучок лучей.

Конструкция микроскопа ЕС МЕТАМ РВ предусматривает расположение на одном штативе тубуса, в котором с помощью револьверной головки крепятся четыре разных объектива. Смену объектива осуществляют вращением револьверной головки. На корпусе каждого объектива указаны его фокусное расстояние и числовая апертура.

В комплект микроскопа входят пять сменных окуляров – $6,3^x$; 10^x ; $12,5^x$; 16^x и 20^x , которые вставляют в бинокулярную насадку.

Наводку на резкость (фокусировку) осуществляют сначала с помощью рукоятки грубого перемещения тубуса (макрОВинта), а затем тубус перемещают с помощью рукоятки тонкой (микрометрической) фокусировки. При этом предметный столик неподвижен.

Рукоятки грубой и тонкой фокусировки расположены на одной оси и выведены с двух сторон штатива.

Для рассмотрения разных участков шлифа предметный столик вместе со шлифом перемещают в горизонтальной плоскости относительно неподвижного объектива в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Рукоятки продольного и поперечного перемещения предметного столика расположены вертикально на одной оси.

Для общего обзора исследуемого шлифа целесообразно применять объектив малого увеличения $F = 25$, $A = 0,17$, для более подробного изучения шлифа – $F = 4,0$; $A = 0,85$.

1.2.3. Способы повышения контрастности изображения

Большинство металлографических исследований проводится с применением светлопольного освещения. В этом случае поверхность шлифа располагается перпендикулярно оптической оси.

Микроскоп ЕС МЕТАМ РВ позволяет также использовать метод темнопольного освещения, при котором поток света направляется не в объектив, а на параболическое зеркало – отражательный конденсор, смонтированный в объектив. Далее лучи света под небольшим

углом направляются на плоскость шлифа, отражаясь от которого они не попадают в объектив, и поле зрения получается темным. Участки шлифа, не перпендикулярные оптической оси микроскопа (мелкие частицы, царапины), рассеивают свет в объектив и кажутся светлыми в темном поле.

Микроскоп ЕС МЕТАМ РВ (см. рис. 1.1) снабжен вставным поляризатором и анализатором. Поляризатор 14 вставляется в паз на корпусе осветителя около ирисовой диафрагмы 6 для создания плоскополяризованного света. Анализатор 17 помещается в паз на тубусе между объективом и окуляром. Вращая анализатор, можно изменять яркость изображения и окраску отдельных элементов структуры. Повышение контрастности при исследовании в поляризованном свете обусловлено тем, что отдельные фазы и структурные составляющие из-за своей анизотропии имеют различную отражающую способность по отношению к поляризованному свету, что позволяет их различать по окраске. Например, частицы Cu_2O в поляризованном свете из голубых становятся рубиновыми.

1.2.4. Приготовление микрошлифов

Основные требования, предъявляемые к металлографическому шлифу: на поверхности шлифа не должно быть царапин и ямок; он должен быть плоским (без «завалов»), чтобы можно было рассматривать его при больших увеличениях.

Шлифовка и полировка

Шлиф, т.е. образец с плоской отполированной поверхностью, механическим методом готовят следующим образом. Вначале производят обработку образца на плоскость (заторцовку) с помощью напильника или наждачного круга. По краям шлифа следует снять фаску, чтобы при последующих операциях не порвать полировальное сукно. Затем производят **шлифовку** на специальных бумагах с разной крупностью абразива. Шлифование выполняют вручную или на шлифовальной станке. В последнем случае шлифовальную бумагу прикрепляют к вращающемуся диску.

Шлифование вручную производят следующим образом. Полоску из самой крупнозернистой бумаги накладывают на толстое стекло. Шлиф водят по бумаге в одном направлении до исчезновения рисок от напильника или наждачного круга. Затем берут более мелкозернистую бумагу и водят по ней шлифом в направлении, перпендикулярном рискам от первой бумаги, до тех пор, пока эти риски не исчез-

нут. Так постепенно доходят до самой мелкозернистой бумаги. Шлиф не должен иметь по краям завалов. При смене бумаги следует ваткой снимать со шлифа частички абразива от предыдущей бумаги. После шлифования на последней бумаге шлиф тщательно промывают в воде, чтобы частички абразива не попали на полировальный круг. Шлифование можно производить не только наждачными бумагами, но и специальными пастами, которые наносятся на плиту или вращающийся круг и производят химико-механическое шлифование.

После шлифовки производят *механическую полировку*. Шлиф слегка прижимают к вращающемуся кругу, на который натянута сукно, фетр или шелк. Полировальный круг все время смачивается водной суспензией – взвесью тонкого абразива в воде. Абразивами для полировки служат оксид алюминия (белого цвета) или оксид хрома (зеленого цвета).

Для получения плоской поверхности у материалов, имеющих разные по твердости структурные составляющие, полирование проводят на плотной бумаге. В качестве абразивного материала применяют пасту с алмазным порошком (алмазная паста).

Полирование производят до получения зеркальной поверхности. Затем шлиф промывают в воде или спирте и сушат полированную поверхность фильтровальной бумагой. Фильтровальную бумагу следует прикладывать к зеркалу шлифа, а не водить по нему (во избежание появления рисок).

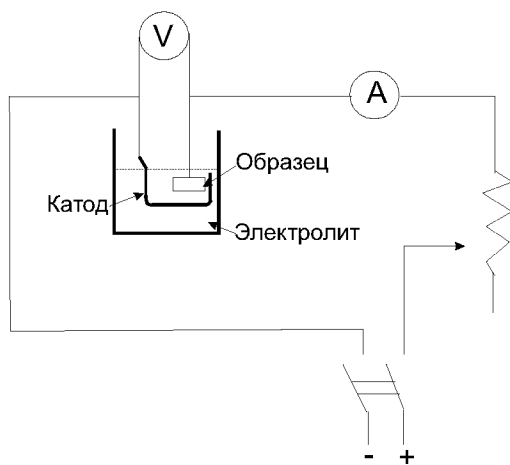


Рис. 1.2. Схема установки для электролитической полировки шлифов

При *электролитическом полировании* шлиф ставят в качестве анода в ванну с электролитом (рис. 1.2). При определенном для каждого сплава режиме, т.е. составе электролита, плотности тока и температуре, происходит преимущественное анодное растворение выступов на шлифе и образуется зеркальная поверхность. Перед электрополировкой образец подвергают механическому шлифованию. Преимуществами электрополировки является быстрота получения шлифа, высокое качество зеркальной поверхности и отсутствие наклепанного поверхностного слоя. Особенно ценна электрополировка при изготовлении шлифов из мягких металлов и сплавов. Из мягких материалов очень трудно готовить шлифы, так как при механической полировке металл размазывается по поверхности шлифа и структура при последующем травлении не выявляется. Процесс электрополировки в многофазных сплавах часто не дает качественных результатов, так как фазы имеют различные электродные потенциалы, что приводит к избирательному растворению отдельных фаз.

Травление шлифов

После полирования микроструктура, как правило, не бывает видна. Исключением являются сплавы, структурные составляющие которых сильно различаются по твердости, в результате чего одни участки шлифа споллировываются больше, другие меньше, и на поверхности образуется рельеф.

Для выявления микроструктуры шлиф подвергается травлению – кратковременному действию реактива.

Травитель и время травления подбирают опытным путем. Обычно травителями для микрошлифов служат слабые растворы кислот, щелочей и солей в воде или спирте. Для травления коррозионностойких металлов и сплавов применяют концентрированные растворы кислот.

Шлиф погружают в ванночку с травителем или наносят травитель на полированную поверхность шлифа с помощью ватного тампона, намотанного на стеклянную или фарфоровую палочку. Если травитель действует слабо, особенно в тех случаях, когда образуется оксидная пленка и другие продукты травления, то производят многократное втирание его ватным тампоном. Признаком травления обычно служит слабое потускнение зеркального шлифа, а сильное потемнение шлифа свидетельствует о перетравливании.

При электролитической полировке часто происходит одновременно с ней и травление.