

№ 1165

МИСиС

# **Микроструктура металлических сплавов**

Лабораторный практикум

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

№ 1165

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

МОСКОВСКИЙ ИНСТИТУТ СТАЛИ  
И СПЛАВОВ

МИСиС



Кафедра физического материаловедения

# **Микроструктура металлических сплавов**

Лабораторный практикум

Под редакцией профессора Р.И. Малининой  
и доцента В.Ю. Введенского

Рекомендовано редакционно-издательским  
советом университета

Москва Издательство «УЧЕБА» 2007

УДК 669.017:620.18  
М59

Рецензент  
д-р физ.-мат. наук, проф. *Л.М. Капуткина*

Авторы: Р.И. Малинина, В.Ю. Введенский, Е.С. Малютина, К.О. Базалеева, А.С. Перминов, О.А. Ушакова

**Микроструктура металлических сплавов:** Лаб. практикум /  
М59 Р.И. Малинина, В.Ю. Введенский, Е.С. Малютина и др.; Под  
ред. Р.И. Малининой и В.Ю. Введенского. – М.: МИСиС,  
2007. – 198 с.

Практикум содержит четырнадцать лабораторных работ, посвященных изучению микроструктуры однофазных металлических сплавов в литом, деформированном и термически обработанном состоянии, многофазных сплавов после кристаллизации и фазовых превращений в твердом состоянии, основных используемых в технике сплавов на основе железа (углеродистые и легированные стали, чугуны), меди, алюминия, олова, титана.

Практикум предназначен для студентов специальностей 150702 «Физика металлов», 150101 «Металлургия черных металлов», 150106 «Обработка металлов давлением», 200503 «Стандартизация и сертификация» и др., изучающих курсы «Фазовые равновесия и структурообразование», «Материаловедение», «Металловедение», «Металловедение и качество металлопродукции», «Металловедение и термическая обработка», «Технология металлов».

© Государственный технологический  
университет «Московский институт  
стали и сплавов» (МИСиС), 2007

## СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа 1. Изучение металлографического микроскопа .....	4
Лабораторная работа 2. Приготовление образца для изучения микроструктуры с помощью светового микроскопа .....	15
Лабораторная работа 3. Количественный металлографический анализ.....	24
Лабораторная работа 4. Изучение дефектов кристаллического строения металлов с помощью светового микроскопа .....	41
Лабораторная работа 5. Микроструктура и свойства пластически деформированного и рекристаллизованного металла ....	51
Лабораторная работа 6. Микроструктура сплавов двойных систем с эвтектическим и перитектическим превращениями.....	68
Лабораторная работа 7. Микроструктура тройных сплавов.....	80
Лабораторная работа 8. Микроструктура отожженной, литой и горячедеформированной углеродистой стали .....	93
Лабораторная работа 9. Микроструктура чугунов.....	107
Лабораторная работа 10. Изучение микроструктуры и твердости углеродистой стали после закалки и отпуска .....	121
Лабораторная работа 11. Микроструктура легированных сталей и их классификация по фазовым превращениям.....	132
Лабораторная работа 12. Микроструктура сплавов на основе меди, алюминия и олова .....	146
Лабораторная работа 13. Изменение твердости при старении дюралюминия.....	159
Лабораторная работа 14. Микроструктура сплавов на основе титана.....	169
Приложения .....	183

# Лабораторная работа 1

## ИЗУЧЕНИЕ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО МИКРОСКОПА

(2 часа)

### 1.1. Цель работы

1. Ознакомиться с устройством и оптической схемой металлографического микроскопа.
2. Освоить методы выбора оптики, настройки микроскопа, исследования микроструктуры.

### 1.2. Теоретическое введение

Металлографический микроскоп предназначен для изучения микроструктуры металлов и сплавов.

Свойства металлических изделий зависят не только от химического и фазового состава материала, но и от его микроструктуры, под которой понимают внутреннее строение материала, характеризующее формой, размерами и взаимным расположением кристаллитов разных твердых фаз. Для описания структуры, наблюдаемой под микроскопом, используют термин «структурная составляющая». *Структурная составляющая – часть сплава, которая имеет характерное, однообразное и повторяющееся строение.* Структурных составляющих может быть одна или несколько, причем каждая из них может состоять из кристаллитов одной или нескольких фаз. Образование той или иной структурной составляющей зависит как от состава, так и от предыстории (обработки) материала. При изучении структуры преследуют следующие цели: а) установить связь между структурой и свойствами изучаемого материала, б) убедиться в получении структуры, обеспечивающей необходимый уровень свойств, в) установить предысторию материала для выявления причин, вызвавших формирование той или иной структурной составляющей.

#### *Схема формирования изображения в микроскопе*

На рис. 1.1 приведена схема формирования изображения в световом микроскопе.

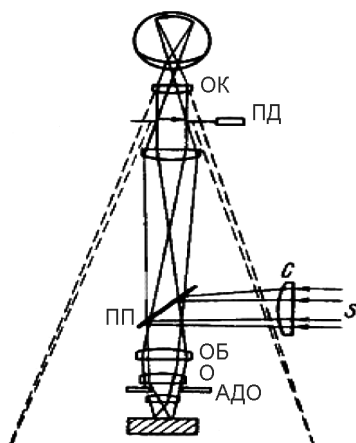


Рис. 1.1. Упрощенная принципиальная схема

Свет от осветительной лампы ( $S$ ) распространяется горизонтально и проходит через конденсор ( $C$ ), а затем попадает на полупрозрачное зеркало (ПП). Отразившись от зеркала, лучи идут вниз и, проходя через многолинзовый объектив (ОБ и О) и апертурную диафрагму (АДО), освещают участок поверхности образца ( $X$ ). АДО ограничивает поток света, поступающий в объектив. Изучаемый образец размещается перед объективом на расстоянии от одного до двух фокусных расстояний объектива  $f_{об}$  ( $f_{об}$  – обычно несколько мм). Отражившись от поверхности образца, лучи, двигаясь вверх, вновь проходят через объектив (ОБ) и, значит, начинает формироваться изображение. Теперь лучи проходят через полупрозрачное зеркало (ПП) и попадают в окуляр (ОК), поле зрения которого ограничено полевой диафрагмой (ПД). Над окуляром схематически показан глаз наблюдателя со зрачком и сетчаткой. Объектив формирует действительное, перевернутое и увеличенное изображение. Окуляр формирует действительное, прямое и увеличенное изображение. Его и наблюдает исследователь.

Часто применяются не прямые, как на рис. 1.1, а более удобные *инвертированные* микроскопы. В них вся оптическая схема перевернута на  $180^\circ$ ; объект помещается сверху на столике с отверстием для наблюдения, а перед окуляром установлена дополнительная отражающая призма, поворачивающая лучи кверху под некоторым углом, удобным для наблюдателя.

## **Разрешающая способность и увеличение микроскопа.**

### **Выбор оптики**

Для характеристики оптических приборов вводят минимальное разрешаемое расстояние, т.е. минимальное расстояние  $d$  между двумя точками, при котором они еще не сливаются друг с другом (разрешаются). Разрешающая способность – это способность видеть отдельно детали микроструктуры. Разрешающая способность обратно пропорциональна  $d$  (измеряется<sup>1</sup> в точках на мм). Для человеческого глаза обычно принимается, что  $d_{\text{гл}} \approx 0,2 \text{ мм} = 200 \text{ мкм}$  (т.е. разрешающая способность глаза равна  $5 \text{ мм}^{-1}$ ).

Таким образом, цель использования микроскопа состоит в *повышении разрешающей способности человеческого глаза* за счет использования линз. Из теории дифракции следует, что если использовать для создания изображения волны длиной  $\lambda$ , то  $d$  не может быть меньше чем половина длины волны ( $\lambda/2$ ) даже в «идеальном» микроскопе.

У «реального» микроскопа  $d$  еще больше и определяется соотношением Аббе<sup>2</sup>:

$$d = \frac{\lambda}{2A}, \quad (1.1)$$

где  $A = n \sin \alpha$  – числовая апертура объектива;  $n$  – коэффициент преломления среды между объективом и образцом (воздух:  $n = 1$  или жидкость:  $n > 1$ );  $\alpha$  – половина отверстиеного угла фронтальной линзы объектива. Таким образом, разрешение микроскопа определяется *только объективом*.

В световом микроскопе используют свет со средним значением  $\lambda \approx 0,6 \text{ мкм}$ . В этом случае даже при  $A = 1$  предел разрешения  $d$  около  $0,3 \text{ мкм}$ . (Следует, однако, помнить, что «диаметр» типичного металлического атома около  $0,3 \text{ нм}$ , т.е. в тысячу (!) раз меньше.) Таким образом, если необходимо исследовать детали структуры размером  $< 0,3 \text{ мкм}$ , то это невозможно сделать с помощью световой микро-

---

<sup>1</sup> В англоязычных странах используют единицы  $dpi$  (dots per inch – точек на дюйм).

<sup>2</sup> Эрнст Аббе (1840–1905). В 20 лет начал работу инженером в маленькой механической мастерской «Karl Zeiss, Jena» и быстро превратил ее в крупное предприятие. С 1865 г. и до конца жизни ее владелец, «главный теоретик» и «главный конструктор» этой знаменитой и лучшей до середины XX века оптической фирмы; с 1870 г. профессор теоретической физики. В XXI веке эта фирма возвращает себе былую славу.

скопии<sup>1</sup>. (Иногда можно использовать *иммерсию* – ввод между образцом и объективом прозрачного масла с показателем преломления  $n \approx 1,5$ . Апертура таких иммерсионных объективов достигает 1,4.)

Для характеристики оптических приборов применяют также увеличение – отношение размеров изображения к размеру его источника. Следует различать **полезное увеличение** ( $N_{\text{пол}}$ ) и увеличение ( $N$ ). Полезное увеличение – это увеличение, необходимое для разрешения деталей микроструктуры. Если требуется изучать кристаллы размером до  $d_{\text{тр}}$ , то необходимо использовать именно *полезное* увеличение, которое можно рассчитать по формуле

$$N_{\text{пол}} = \frac{d_{\text{гл}}}{d_{\text{тр}}}, \quad (1.2)$$

где  $d_{\text{гл}} = 200$  мкм – предел разрешения глаза.

Если установить на микроскопе общее увеличение меньше  $N_{\text{пол}}$ , то рассмотреть *требуемые* детали микроструктуры не удастся. При общем увеличении  $N$  больше, чем  $N_{\text{пол}}$ , более мелких деталей (по сравнению со случаем  $N = N_{\text{пол}}$ ) в *изображении* микроструктуры не появится, но качество изображения ухудшится.

Рассчитав  $N_{\text{пол}}$ , можно правильно выбрать объектив. Для этого следует воспользоваться формулой Аббе, прямо следующей из комбинации формул (1.1) и (1.2) при подстановке в них численных значений  $d_{\text{гл}}$  (200 мкм) и длин волн  $\lambda$  для красного ( $\approx 0,8$  мкм) и фиолетового ( $\approx 0,4$  мкм) концов спектра:

$$\frac{N_{\text{пол}}}{1000} < A < \frac{N_{\text{пол}}}{500}. \quad (1.3)$$

Из этой формулы в частности видно, что *полезное* увеличение оптических микроскопов в принципе не может быть существенно больше 1000. Полное увеличение микроскопа может быть сделано и большим.

Разрешающая способность микроскопа зависит только от характеристик объектива и не зависит от характеристик окуляра. Но увеличение микроскопа ( $N$ ) создается как объективом ( $N_{\text{об}}$ ), так и оку-

---

<sup>1</sup> В электронных микроскопах длина волны электронов  $\lambda$  – величина порядка 0,01 нм. Однако апертура магнитных линз электронных микроскопов мала и не превышает 0,01. В итоге предел разрешения даже при такой малой  $\lambda$  оказывается не меньше диаметра атома (0,2...0,5 нм), а обычно на порядок больше.



ляром ( $N_{ок}$ ) и, кроме того, промежуточными линзами микроскопа ( $N_{пр}$ ), если они есть:

$$N = N_{об} N_{ок} N_{пр}. \quad (1.4)$$

По формуле (1.4) можно определить необходимый для исследования микроструктуры окуляр (он характеризуется своим увеличением), но удобнее это делать по так называемым *таблицам увеличений*, обязательно прилагающимся к каждому микроскопу.

### ***Глубина резкости, яркость и контрастность изображения***

Кроме величины разрешения, качество изображения микроструктуры определяют размером поля зрения, глубиной резкости, яркостью и контрастностью изображения. Глубина резкости характеризует способность прибора давать сфокусированное изображение выступов и впадин на поверхности объекта одновременно. Контрастность изображения характеризуется отношением разности яркостей объекта и фона к их сумме. Важно, что все эти характеристики с ростом апертуры (а значит и максимального разрешения) объектива *ухудшаются*.

*Глубина резкости* зависит от характеристик используемого объектива (она обратно пропорциональна его числовой апертуре  $A$  и прямо пропорциональна фокусному расстоянию) и от раскрытия апертурной диафрагмы (глубина резкости увеличивается с уменьшением раскрытия апертурной диафрагмы).

*Яркость* изображения определяется (помимо конструктивных особенностей микроскопа) интенсивностью светового потока, создаваемого осветителем и раскрытием апертурной диафрагмы.

*Контрастность* изображения зависит (помимо качества подготовки объекта) от раскрытия полевой диафрагмы, от применяемого способа освещения, используемого света и других специальных способов усиления контраста.

*Размер поля зрения* определяется диаметрами (а значит и апертурой) объектива и окуляра и ограничен искажениями формы объектов.

Отсюда следует, что яркость, контрастность и глубина резкости изображения могут регулироваться путем настройки апертурной и полевой диафрагмы и выбором способа освещения.

Апертурная диафрагма ограничивает входящий в оптическую систему пучок лучей (в конечном итоге – в объектив). Чем больше раскрыта апертурная диафрагма, тем интенсивнее световой поток, падающий на образец, и тем больше яркость изображения. Но рас-

крытие апертурной диафрагмы одновременно уменьшает глубину резкости.

Диаметр полевой диафрагмы определяет освещенность поля зрения, т.е. величину наблюдаемого участка объекта. Закрывание полевой диафрагмы, уменьшая размеры поля зрения, но увеличивает контрастность изображения, так как при этом отсекаются рассеянные световые лучи.

В световой микроскопии используют два основных метода освещения: методы *светлого* и *темного* поля.

При обычном, светлопольном, освещении поверхность образца освещается лучами, падающими на нее почти перпендикулярно. Светлые участки изображения формируются лучами, отраженными от поверхности объекта и попавшими в объектив. Темные участки в этом случае соответствуют областям поверхности, которые либо плохо отражают падающие лучи, либо отражают их так, что они не попадают в объектив, как наклонные стенки канавок травления, возникшие в местах выхода границ зерен на поверхность.

Если на пути пучка света, освещающего образец поставить непрозрачный диск, отсекающий только центральную часть пучка, но не боковые лучи, то получим темнопольное освещение. При темнопольном освещении поверхность образца освещается лучами, падающими на нее по конической поверхности. Тогда световые лучи отражаются в объектив не всеми участками поверхности объекта, а только теми, которые *наклонены* по отношению к его поверхности; остальные участки будут темными. Поэтому исследование в темное поле не характеризует структуру полностью, но является полезным дополнительным методом.

В ряде случаев объект исследуют в *поляризованном* свете. Для этого при светлопольном методе освещения в ход падающего пучка вставляют поляризатор, а в ход отраженного – анализатор, плоскость поляризации которого может составлять угол от 0 до 90° с плоскостью поляризации поляризатора. Если на поверхности объекта имеются участки, по-разному поворачивающие плоскость поляризации отраженных лучей, как например оксиды кремния в стали, то эти участки будут иметь неодинаковый контраст.

Прочие специальные методы: фазовый контраст, интерферометрия, косое освещение и т.д. здесь не рассматриваются.

## **Настройка микроскопа и методика исследования микроструктуры**

После того как оптика выбрана и установлена на микроскопе, на предметный столик прибора устанавливают микрошлиф, включают осветитель и производят фокусировку изображения. Вслед за этим необходимо произвести настройку осветителя и диафрагмы микроскопа.

При настройке микроскопа для работы в светлом поле необходимо:

- отцентрировать источник света относительно отверстия апертурной диафрагмы. Для этого необходимо добиться, чтобы отверстие полностью открытой диафрагмы было заполнено равномерным световым потоком;

- настроить апертурную диафрагму, для чего сначала снять окуляр и, наблюдая за взаимным расположением светового поля объектива и изображения диафрагмы, отцентрировать положение диафрагмы. Затем открыть диафрагму таким образом, чтобы ее изображение занимало  $\approx 3/4$  площади поля объектива;

- настроить полевую диафрагму, для чего сначала вставить окуляр и отцентрировать положение полностью закрытой диафрагмы. Затем раскрыть диафрагму таким образом, чтобы ее изображение совпало с полем зрения окуляра, но *не превышало* его.

Рекомендуется следующая методика изучения микроструктуры. Изготовленный микрошлиф необходимо предварительно изучить при малом увеличении (70...100) или даже визуально для того, чтобы иметь представление об однородности его структуры; выбрать участки для последующего более детального исследования. Исследование при средних ( $\sim \times 400$ ) и больших ( $\sim \times 800$ ) увеличениях ведут после тщательной настройки осветителя и диафрагм и подбора объектива с необходимой апертурой при светлопольном освещении. В связи с тем, что с возрастанием увеличения уменьшается величина поля зрения, изучение структуры при средних и особенно больших увеличениях необходимо проводить в нескольких полях зрения. Это особенно важно, когда предварительный осмотр образца выявил неоднородность его структуры.

Фотографирование микроструктуры ведут как в отдельных полях зрения, так и панорамным способом, когда отдельные поля зрения частично перекрываются.

Разрешение цифровых фотокамер должно быть не хуже разрешения микроскопа, обычно не ниже 4 мегапиксел на кадр. Рассматривать такие фотографии следует на мониторах с соответствующим разрешением, и печатать на соответствующих принтерах. Следует помнить, что никакая цифровая обработка изображений не способна дать информацию о мелких объектах, если их размер меньше преде-

ла разрешения микроскопа. А вот контрастность изображения за счет цифровой обработки можно существенно увеличить.

Так как масштаб изображений в компьютере (или при печатном воспроизведении), а значит и общее увеличение, можно легко изменять в больших пределах, то **всегда следует указывать апертуру применяемого объектива, т.е. величину, определяющую предельное разрешение полученного изображения и его масштаб**<sup>1</sup>.

### ***Определение масштаба изображения (цены деления шкалы окуляр-микрометра)***

*Фактический масштаб изображения* (увеличение) может заметно отличаться от указанного в таблице увеличений. Для более точного определения масштаба изображения используют окуляр-микрометры и объект-микрометры.

*Окуляр-микрометр* представляет собой окуляр, в который встроена прозрачная пластинка с нанесенной на нее линейкой. Эта линейка проектируется на изображение микроструктуры. В результате на изображении можно проводить измерения в единицах шкалы окуляр-микрометра (относительные измерения). Используют также окуляр-микрометры со шкалой в виде квадратной сетки.

*Объект-микрометр* устанавливается вместо образца (объекта) и представляет собой пластину, в центре которой с высокой точностью выгравирована шкала линейки общей длиной 1 мм, разбитая на 100 (или, реже, 200) делений (рис. 1.2). Таким образом, расстояние между ближайшими штрихами объект-микрометра (его цена деления) составляет 0,01 мм (10 мкм) или 0,005 мм (5 мкм).

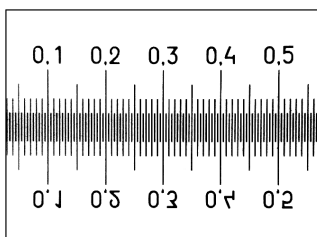


Рис. 1.2. Пример фотографии объект-микрометра с ценой деления 5 мкм (Размер фотографии:  $0,57 - 0,03 = 0,54$  мм = 540 мкм)

<sup>1</sup> Традиционно в литературе фотографии снабжаются указанием полного увеличения лишь при фотографировании, но не при воспроизведении фотографии. Этого достаточно лишь для очень грубой оценки масштаба изображения.

Сравнивая длины линеек окуляр-микрометра и объект-микрометра легко установить цену деления окуляр-микрометра, а значит сделать относительные измерения абсолютными. Для этого на предметный столик помещают объект-микрометр шкалой к объективу и фокусируют микроскоп. Затем поворотом окуляр-микрометра добиваются *параллельности* штрихов обеих шкал. Подсчитывают число делений  $n$  шкалы (или сетки) окуляр-микрометра, попавших на *максимально длинный* отрезок  $L$  шкалы объект-микрометра. Цену деления шкалы окуляр-микрометра  $E$  (в мкм или мм на деление) определяют по очевидной формуле:  $E = L/n$ .

Аналогичным образом, наблюдением или фотографированием объект-микрометра определяют масштаб изображения – диаметр поля зрения или размеры фотографии.

### ***Некоторые практические советы***

1. Включать и выключать осветительную лампу микроскопа можно *только* при выведенном на минимум регуляторе напряжения блока питания.

2. Полированная поверхность образца нуждается в бережном отношении. Пыль всегда содержит частицы (например  $\text{SiO}_2$ ), которые много тверже любого металла и оставляют царапины на его поверхности. Прикосновение пальца оставляет на образце мутный слой пота. *Не протирайте образец и линзы микроскопа ни рукой, ни одеждой!*

3. Микроскоп нуждается в защите от пыли, которая повреждает относительно мягкое оптическое стекло. *Линзы нельзя трогать руками и протирать.*

4. Для перемещения образца используйте специальные рукоятки перемещения предметного столика – это и более плавно (и более удобно) и не повреждает образец.

5. Фокусировку (наводку на резкость) изображения производят всегда в сторону увеличения яркости.

6. Очки при работе с микроскопом можно и нужно снимать – микроскоп по определению компенсирует индивидуальные недостатки глаз. Бинокулярную насадку настраивают индивидуально на ширину расстояния между зрачками. Гнездо для правого окуляра снабжено специальным регулировочным кольцом для компенсации разной оптической силы глаз у некоторых наблюдателей.

### 1.3. Порядок проведения работы

1.3.1. Изучить устройство микроскопа и его оптическую схему. Научиться фокусировать изображение, настраивать диафрагмы.

1.3.2. Рассчитать (по величине требуемого  $d$ , заданного преподавателем) необходимое увеличение микроскопа, подобрать оптимальный объектив и окуляр.

1.3.3. Рассмотреть микроструктуру образца № 1 (техническое железо). Зарисовать полученную микроструктуру и охарактеризовать ее (форма и размер зерен, их травимость). Зафиксировать условия наблюдения: характеристики использованного объектива и окуляра, примерный размер изображения.

1.3.4. Рассмотреть микроструктуру образца № 2 (сталь У8 с содержанием углерода 0,8 %). Зарисовать и описать структуру. Зафиксировать наблюдения: характеристики использованного объектива и окуляра, примерный размер изображения.

1.3.5. Определить масштаб изображений.

### 1.4. Отчет по работе

Отчет должен содержать:

- цель работы;
- описание устройства и основные характеристики микроскопа, зарисовку его принципиальной оптической схемы с указанием назначения основных узлов;
- методику выбора оптики, наладки освещения и диафрагм, специальные методы исследования;
- зарисовки структуры, количественные расчеты по выбору оптики и определению масштаба изображения.

### Литература

*Рахматдт А.Г., Клытин Б.А.* Металловедение и термическая обработка стали: Справочник. М.: Металлургия, 1983. Т. 1. С. 24 – 31.

### Контрольные вопросы

1. Каков минимальный размер объекта, который можно увидеть в оптическом микроскопе? Сколько (примерно) атомов он насчитывает?
2. От чего зависит разрешающая способность световой оптики?
3. Что такое полезное увеличение микроскопа?

4. Почему микроскопы комплектуются набором разных объективов и окуляров?

5. Каковы преимущества и недостатки объективов с большой и малой апертурой?

6. Как выбирают объектив для наблюдения микроструктуры?

7. Как выбирают окуляр для наблюдения микроструктуры?

8. Почему плохо использовать объектив с апертурой большей, чем следует из расчета?

9. Почему плохо использовать объектив с апертурой меньшей, чем следует из расчета?

10. Почему плохо использовать окуляр с увеличением большим, чем следует из расчета?

11. Почему плохо использовать окуляр с увеличением меньшим, чем следует из расчета?

12. Какое увеличение указано в таблицах увеличений микроскопов? Общее, полезное?

13. Для чего предназначена апертурная диафрагма? Как ее настраивают?

14. Для чего предназначена полевая диафрагма? Как проводят ее настройку?

15. Что такое темнопольное освещение?

16. Что такое объект-микромметр?

17. Как определить фактический масштаб изображения?

18. В чем преимущества зарисовки микроструктуры перед ее фотографией?

19. Почему не используют следующую конструкцию «супер-микроскопа»: изображение, полученное одним микроскопом (с увеличением 1000) рассмотреть во втором таком же микроскопе. Общее увеличение составит  $1000 \cdot 1000 = 1$  миллион, а значит можно увидеть и атомы! Где ошибка в этой конструкции?

## Лабораторная работа 2

### ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ С ПОМОЩЬЮ СВЕТОВОГО МИКРОСКОПА

(2 часа)

#### 2.1. Цель работы

1. Освоить основные методы подготовки образцов для исследования микроструктуры на световом микроскопе.
2. Ознакомиться с методами выявления микроструктуры.

#### 2.2. Теоретическое введение

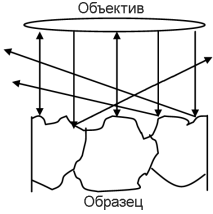
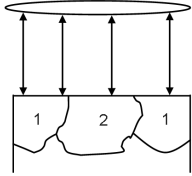
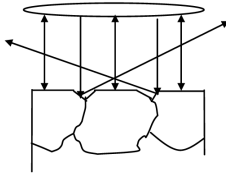
Специально подготовленный для микроскопического исследования образец металла называют микрошлифом или просто шлифом. Подготовка заключается в проведении шлифования, полирования и последующего выявления микроструктуры (травления). Без такой подготовки на поверхности образца (даже если она достаточно плоская и на нее можно сфокусировать микроскоп) обычно видны лишь случайные царапины. Упрощенная схема рельефа поверхности образца на разных стадиях подготовки шлифа для исследования в световом микроскопе с необходимыми пояснениями приведена в табл. 2.1. В табл. 2.2 показаны микрофотографии поверхности до и после полирования.

Поскольку микроструктуру металла изучают в отраженном свете, поверхность микрошлифа должна удовлетворять двум требованиям: 1) она должна иметь достаточно высокую отражающую способность; 2) разные элементы микроструктуры должны иметь достаточный контраст, т.е. по-разному отражать свет.

Первое требование достигается получением плоской и зеркально гладкой поверхности. Второе требование достигается либо благодаря неодинаковому отражению света от плоской поверхности, либо вследствие образования рельефа на поверхности путем травления, либо, наконец, из-за создания на поверхности шлифа прозрачных пленок толщина и, следовательно, цвет которых зависят от природы или ориентировки кристаллитов, на которых они возникли.




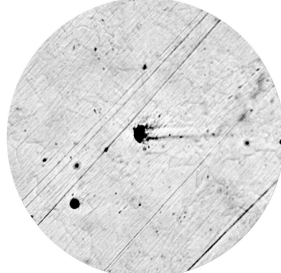
Схема поверхности рельефа образца на разных стадиях подготовки шлифа

До полирования	После полирования, но до травления	После травления
 <p>Образец с тремя зернами и неровной поверхностью. Царапины и другие неровности будут видны в виде хаотичных темных линий. Шлифовка и полирование должны устранить рельеф на поверхности. Размер частиц абразива на финальной стадии должен быть меньше <math>\lambda/2</math> (<math>\sim 0,3</math> мкм)</p>	 <p>После полирования границы зерен не видны, так как их толщина в <math>\sim 1000</math> раз меньше предела разрешения микроскопа. Образец зеркально гладкий, т.е. размер неровностей на его поверхности меньше <math>\lambda/2</math>. Однако если какая-то фаза (например, участок 2) имеет другой цвет, то ее будет видно и <b>без травления</b></p>	 <p>В результате <b>избирательного</b> травления в местах выхода границ зерен на поверхность шлифа возникли <b>канавки травления</b>, видимые как темные линии. Толщина этих канавок должна быть существенно больше <math>\lambda/2</math>, что бы их можно было различить в микроскопе. Канавки травления возникают и на границах между разными фазами</p>

Микрошлиф должен иметь микроструктуру, характерную для всего изучаемого изделия или его части. Поэтому имеет значение, во-первых, выбор участка изделия, из которого вырезают образец, и, во-вторых, выбор расположения исследуемой поверхности на образце. Например, микроструктуру прокатанной полосы обычно изучают на ее продольном сечении.

Площадь поверхности микрошлифа обычно составляет около  $1 \text{ см}^2$ , высота образца для удобства обращения с ним должна быть не менее 1 см. Для изготовления шлифов на образцах меньших размеров (лента, проволока и т.д.) их после вырезки помещают в обойму и заливают твердеющей пластмассой. В некоторых случаях для закрепления мелких образцов применяют металлические винтовые зажимы.

**Микрофотографии поверхности образца до и после полирования**

Микрофотография поверхности образца до полирования	Микрофотография поверхности образца после полирования, но до травления
	
Многочисленные царапины, пыль	Плохое полирование: отдельные царапины, пыль, размазанная в направлении полировки грязь («хвост»). При идеальном полировании должна быть видна только чистая белая поверхность (исключения: фазы не «белого» цвета или выступающие твердые участки)

### ***Подготовка плоской поверхности***

Подготовка плоской поверхности микрошлифа включает: 1) вырезку и выравнивание поверхности; 2) шлифование; 3) полирование. Все перечисленные операции должны проводиться таким образом, чтобы они не изменили микроструктуру металла. В этом отношении особенно ответственны первая и вторая операции, которые не должны сопровождаться деформацией поверхностных слоев (толщина деформированного слоя может в 3 – 10 раз превышать размер зерна абразива) и нагревом образца. Поверхность подготовленного шлифа должна быть зеркально гладкой (тогда неровности имеют размер не больше половины длины волны света  $\lambda/2$ ), плоской по всей его площади, не иметь царапин, ямок и загрязнений.

*Вырезку образца* для изготовления микрошлифа обычно проводят абразивными или алмазными кругами, выравнивание поверхности – на токарных, фрезерных или шлифовальных станках либо опиливанием. На этой стадии подготовки образца необходимо свести к минимуму деформацию поверхности и нагрев образца, что достигается надлежащим выбором инструмента и режима обработки, а также интенсивным охлаждением обрабатываемой поверхности и инструмента.

*Шлифование* проводят с целью уменьшения неровностей на поверхности образца. При этом используют шлифовальную шкурку различных номеров, которые обозначают размер зерен абразивного порошка, приклеенного к основе. Абразивом могут быть электрокорунд, карбид кремния и другие твердые вещества; размер зерен абразива на различных номерах шлифовальной шкурки может составлять от 250 до 4 мкм. При шлифовании вручную шлифовальную шкурку помещают на стекло, образец прижимают обрабатываемой поверхностью и перемещают возвратно-поступательными движениями. Шлифование можно проводить также на станке с горизонтально расположенным вращающимся кругом, на котором закрепляют шлифовальную шкурку. Образец прижимают к кругу вручную или фиксируют в специальном приспособлении. В процессе шлифования обрабатываемую поверхность очищают от частиц металла и абразива.

Движение образца при шлифовании вручную производят под углом  $90^\circ$  к направлению царапин от предшествовавшей обработки. Шлифуют до тех пор, пока полностью не исчезнут все следы царапин от предыдущей операции. Затем образец вновь очищают от налипшей наждачной пыли и переходят к шлифованию с более мелким абразивом. Обычно оказывается достаточным использовать шлифовальные шкурки № 2 – 5. После завершения шлифования образец тщательно промывают под струей воды.

*Полирование* служит для дальнейшего уменьшения неровностей на плоской поверхности образца. Полирование заканчивают, когда на поверхности исчезнут всякие риски, а сама поверхность станет зеркально гладкой. Полирование проводят механическим, электролитическим либо химическим методами.

Для механического полирования используют станок с вращающимся кругом, который обтянут тканью (фетром, сукном, драпом и др.). В качестве абразива чаще всего применяют тонкоизмельченный оксид хрома, который в виде взвеси в воде наносят на поверхность круга во время его вращения. Образец шлифованной поверхностью слегка прижимают к поверхности круга. Во время полирования образец перемещают от периферии к центру круга (чтобы обеспечить равномерное распределение абразива) и периодически поворачивают (чтобы исключить образование «хвостов» около включений на поверхности образца). Для получения хороших результатов при полировании необходимо, чтобы образец и руки оператора были очищены от шлифовального абразива. Круг во время полирования должен быть влажным. Механическое полирование