

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

МАКРОСКОПІЧНИЙ ТА МІКРОСКОПІЧНИЙ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ МЕТАЛІВ ТА СПЛАВІВ

Мета роботи – вивчити методи макро- та мікроаналізу; дослідити характерні види макро- та мікроструктури; ознайомитися з будовою та принципом роботи металографічного мікроскопа МІМ-7.

3.1. Загальні відомості

Серед структурних методів вивчення металів найбільш поширеним є металографічний метод макро- та мікроскопічного дослідження структури. Між структурою металу та його властивостями в більшості випадків існує надійний зв'язок, тому за результатами цих досліджень можливо встановлення того, як зміни в структурі будуть впливати на механічні, фізичні та інші властивості матеріалів.

3.1.1. Макроскопічний метод дослідження полягає у вивченні будови металу (його макроструктури) неозброєним оком, або за допомогою лупи чи бінокулярного мікроскопа при невеликих збільшеннях (до 30...50 разів). Це дозволяє спостерігати водночас велику поверхню заготовки або деталі та одержувати таким чином загальні відомості про якість матеріалу, а також вибрати ділянки для подальшого мікроскопічного аналізу.

За допомогою макроаналізу виявляють: особливості будови литого або гарячедеформованого металу; характер руйнування матеріалу; газові пухири, усадочні раковини, вкраплення жужелі; якість та будову зварних з'єднань; характер обробки, що застосована для надання деталі кінцевої форми та властивостей (литво, обробка тиском, різання, термічна та хіміко-термічна обробка).

Макроаналіз проводять на зламах чи на спеціальних макрошліфах, якщо макроструктуру виявляють травленням шліфованої поверхні зразка. За виглядом зламу визначають характер руйнування матеріалу, яке може бути крихке, в'язке або втомне. За структурою (за зовнішнім виглядом) злами можуть бути *волокнисті, кристалічні або змішані*.

Волокнисті злами спостерігаються при в'язкому руйнуванні матеріалу із значною пластичною деформацією під дією дотичних напружень, тому розмір і форма зерен змінюються. Такий вигляд зламу є свідченням підвищених пластичних властивостей матеріалу.

Кристалічний злам – результат крихкого руйнування під дією нормальних напружень. При цьому зерна не деформуються; зберігається їх форма та розмір. Кристалічний злам характеризується наявністю окремих мікроскопів, що дають у сукупності блискучий фон без помітних ознак деформації зразка у місці зламу. Злам називають міжкристалітним, якщо руйнування розвивається по межах зерен (кристалітів), та транскристалітним – безпосередньо через зерна.

Міжкристалітний злам завжди крихкий; транскристалітний може бути як при крихкому, так і при в'язкому руйнуванні.

Втомний злам – спостерігається в деталях, що працюють при багаторазових ($10^6 \dots 10^7$ циклів) змінних і, особливо, знакозмінних навантаженнях (осі, вали, шестерні, ресори, пружини). За цих умов руйнування може розвиватися при початкових напруженнях, що значно нижче не лише границі міцності, а й границі плинності. Таке явище називають втомою металу і полягає воно у тому, що при багаторазових навантаженнях в місцях з найбільшою концентрацією напружень та з наявністю різних дефектів, різких переходів, перетинів виникають мікротріщини (рис. 3.1). Це призводить до збільшення концентрації напружень і, як наслідок, до подальшого розвитку тріщини (зона поступового руйнування). При цьому деталь продовжує працювати, тому стінки тріщини внаслідок взаємного тертя загладжуються. Дійсний (робочий) перетин деталі зменшується і під дією одного із максимальних навантажень деталь руйнується.

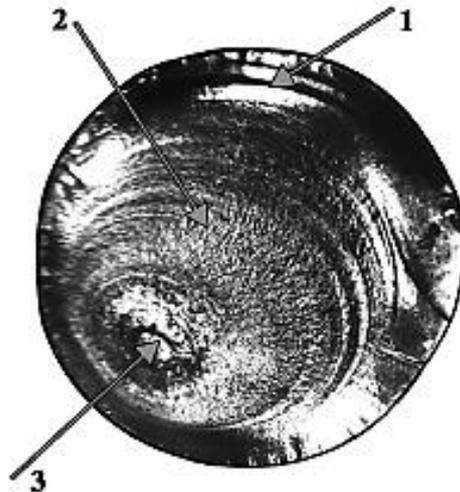


Рис. 3.1. Схема втомого зламу:

1 – зародження тріщини; 2 – зона поступового руйнування; 3 – зона миттєвого доламування

Зразок із шліфованою та травленою спеціальним реактивом поверхнею називають макрошліфом. Зразок спочатку шліфують за допомогою абразивного круга, потім на наждачному папері, розміщеному на плоскій основі (склі), при цьому напрямок шліфування змінюють на 90° . Шліфування закінчують на папері з дрібним зерном. Підготовлену поверхню протирають спиртом і травлять у реактиві, склад якого залежить від металу або хімічного складу сплаву. Розглянемо деякі види макроаналізу.

Форма та розмір кристалів, що утворюються після первинної кристалізації, можуть бути різними в залежності від присутності домішок та умов кристалізації. При значній швидкості охолодження утворюється дендритна структура (дендрон – дерево) (рис. 3.2). Утворення кристалів деревоподібної форми зумовлено анізотропією швидкості росту, тому в першу чергу виростають їх довгі гілки (осі першого порядку), найбільш чисті за вмістом домішок; від них ростуть осі другого порядку, на яких утворюються бічні гілки - осі третього порядку тощо.

Внаслідок цього кристал розгалужується; між осями дендритів скупчуються нерозчинені домішки і утворюються дрібні шпарини, що виникають внаслідок зменшення об'єму при переході металу з рідкого стану в твердий. Дендритна будова кристалів інколи спостерігається на поверхні зливка у вигляді характерного рельєфу і особливо помітна при виготовленні мікрошліфа: світлі лінії відповідають осям дендритів, а темні – міжвісним об'ємам, що зумовлено різним травленням цих ділянок унаслідок відмінного вмісту домішок. Найчастіше правильна форма дендритів порушується при зіткненні закристалізованих об'ємів на наступних стадіях кристалізації.

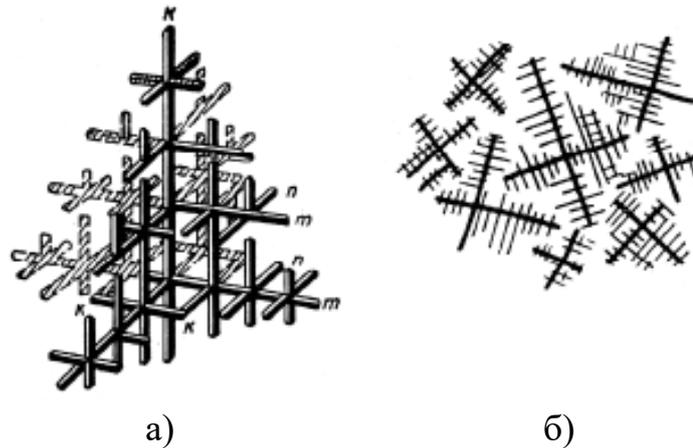


Рис. 3.2. Схема дендритної будови кристалу (а) та росту дендритів (б)

В залежності від напрямку відведення тепла зерна можуть мати рівноважну або стовпчасту (витягнуту) форму. Рідкий метал у ливарній формі або виливниці контактує з їх внутрішньою поверхнею, що має значно нижчу температуру. При цьому утворюється велика кількість зародків кристалізації, що є причиною появи ливарної кірочки з дрібнозернистою структурою (рис. 3.3). Наступні шари металу охолоджуються уже з меншою швидкістю, але при цьому відведення тепла направлено в першу чергу перпендикулярно до стінок форми, тому утворюється друга зона подовжених стовпчастих кристалів, що ростуть у напрямку, протилежному відведенню тепла.

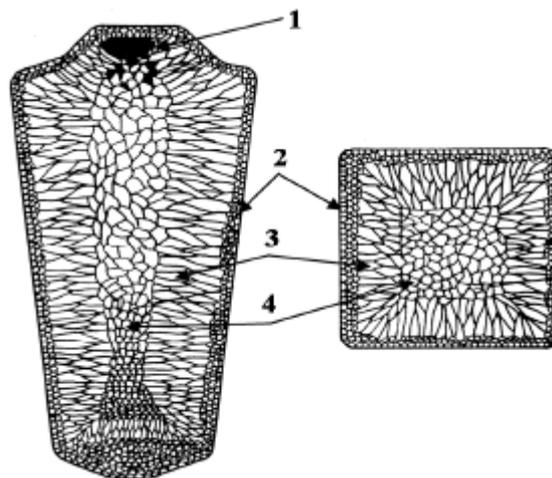


Рис. 3.3. Схема будови металевого зливка:
1 – усадочна раковина; 2 – дрібнозерниста зона; 3 – зона стовпчастих зерен;
4 – рівноважні зерна

Зона, що розташована в осьовій частині зливка, охолоджується з найменшою швидкістю і найбільш рівномірно у всіх напрямках. Унаслідок цього виникає зона рівноважних кристалів, що мають довільну орієнтацію. При сильному перегріванні рідкого металу чи великій швидкості охолодження стовпчасті кристали можуть прорости до осі зливка і рівновісні кристали не утворюються.

За низької температури лиття та дуже повільному рівномірному охолодженні зона стовпчастих кристалів може бути відсутня. У верхній частині зливка виникає порожнина, що називається усадочною раковиною, появлення якої зумовлено тепловою усадкою металу при затвердінні. Це найбільш забруднена частина металу з великою кількістю мікро- та макро шпарин, пухирів.

У процесі гарячої обробки тиском дендритна структура зливка руйнується і дендрити витягуються у напрямку деформації. Міжвісні об'єми, що містять неметалеві вкраплення (сульфіди, оксиди тощо), зберігають свою хімічну неоднорідність через те, що дифузія атомів домішок потребує тривалого часу. Тому при травленні макрошліфа ці об'єми окислюються швидше і темніють. Так виявляється характерна волокнистість гаряче деформованого металу. Волокниста будова характеризується значною анізотропією властивостей. Саме тому з метою підвищення надійності деталей, що працюють в умовах високих динамічних навантажень (шестерні, шатуни, колінчасті вали), схему деформації вибирають такою, щоб напрямок волокон збігався з профілем виробів, а основні зусилля діяли перпендикулярно до волокон.

При розробці технології зварювання вивчають якість зварних з'єднань. Після шліфування поверхні зразка його травлять в 10...20% водному розчині азотної кислоти протягом 3...10 хв. При цьому можна виявити розмір та форму зварного шва, наявність напливів, газових шпарин, непроварів і тріщин. На макрошліфі, вирізаному поперек шва, можна виявити його дендритну будову, зону термічного впливу, непровари, жужелеві вкраплення.

3.1.2. Мікроскопічний метод дослідження застосовують для вивчення мікроструктури за допомогою світлового мікроскопа при збільшеннях 50...1500 разів. При використанні мікроскопічного аналізу виявляють форму та розмір зерен, зміни в структурі після гарячої та холодної деформації, термічної та хіміко-термічної обробок; мікродофекти металу: тріщини, шпарини, раковини; неметалеві вкраплення: сульфідів, оксидів, нітридів, алюмінатів, силікатів, графіт (у чавунах) тощо. Частіше проводять якісний аналіз, а при необхідності за допомогою спеціальних методик – кількісний.

Поверхня зразка (мікрошліфа) має бути дзеркальною для достатньо інтенсивного відзеркалення променів, для цього після операції шліфування проводять полірування мікрошліфа на замші, фетрі чи тонкому сукні, що змочені водною суспензією дрібних частинок оксидів алюмінію, хрому, заліза. Інколи застосовують електролітичне полірування. У всіх випадках після полірування шліф промивають водою, протирають спиртом та сушать.

Перегляд нетравлених шліфів дозволяє виявити неметалеві вкраплення та мікродофекти. Структури металу при цьому не видно. Неметалеві вкраплення мають інший, ніж у металевої матриці, коефіцієнт відзеркалення, тому на

світлому фоні вони виділяються темними ділянками (сірого, чорного, жовтуватого кольору) різної форми. За кольором та формою частинок визначають природу неметалевого вкраплення, а за їх кількістю оцінюють ступінь забрудненості металу чи сплаву.

Для виявлення структури поверхню мікрошліфа травлять в розчинах кислот, лугів, солей в залежності від хімічного складу сплаву. Так, наприклад, для сталей і чавунів застосовують травлення 2...5% розчином азотної кислоти в етиловому спирті протягом 2...5 секунд. Ступінь травлення меж зерен та структурних складових різна, тому на поверхні утворюється мікрорельєф у вигляді западин та виступів (рис. 3.4). Западини на межах зерен значно сильніше розсіюють промені, тому межі виглядають як темні лінії (див. рис. 3.4, а). У структурі перліту, що складається з двох фаз (фериту і цементиту), ферит розчиняється швидше цементиту. Цементит виступає та відбиває більше променів і в полі зору буде світлою складовою; друга фаза (ферит), навпаки, через більше розсіювання променів буде виглядати темною. В результаті структура перліту має вигляд темних та світлих смуг (див. рис. 3.4, б).

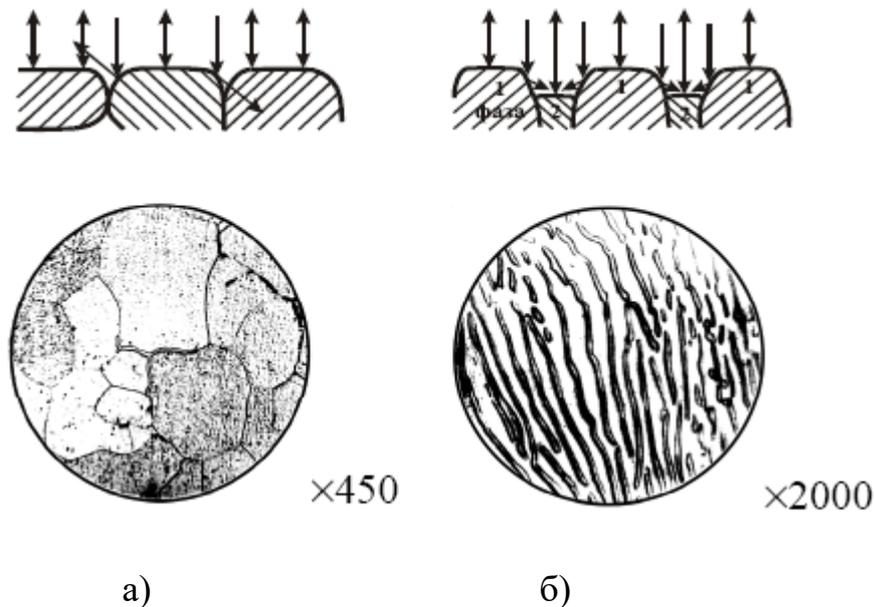


Рис. 3.4. Схема утворення контрасту при мікроскопічних дослідженнях та структура фериту (а) та фазової суміші перліту (б)

Важливою характеристикою мікроскопа є його роздільна здатність ($r=1/d$), яка визначається величиною, оберненою найменшій відстані d , на якій можливо розрізнити два сусідні елементи структури. Чим менше d , тим вище роздільна здатність і, відповідно, більше корисне збільшення мікроскопа M :

$$M = D/d,$$

де D – найменша відстань, що розрізняється людським оком (0,1...0,2мм).

У оптичного мікроскопа при використанні білого світла ($\lambda=0,4...0,8\mu\text{м}$) d становить 0,2 мкм, і тому межа корисного збільшення дорівнює приблизно 1500 разів. Подальше збільшення лише укрупнює елемент структури, але не дозволяє виявити при цьому нові деталі.

Робоче збільшення мікроскопа V залежить від об'єктива та окуляра і дорівнює добутку їх збільшень:

$$V = V_{OK} \cdot V_{OB} = \frac{250}{F_{OK}} \cdot \frac{L}{F_{OB}},$$

де V_{OK} , V_{OB} – збільшення окуляра та об'єктива, відповідно;

L – оптична довжина тубуса мікроскопа;

250 – відстань найкращого зору, мм;

F_{OK} , F_{OB} – 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 мікроскопа.

Оптичний мікроскоп призначений для спостереження та фотографування структури. Основні системи мікроскопа: освітлювальна (джерело світла, конденсор, світлофільтри, діафрагми); оптична (об'єктив, окуляр, дзеркала, лінзи, призми) (рис. 3.5); механічна (штатив, тубус, макро- та мікрогвинти тощо) (рис. 3.6).

Для роботи на мікроскопі необхідно:

- вибрати збільшення та встановити відповідні об'єктив та окуляр,
- встановити предметний столик у такому стані, щоб об'єктив знаходився в центрі отвору кільця;
- розмістити досліджуваній шліф на столик полірованою поверхнею донизу;
- при спостереженні в окуляр **3** та обертанні макрогвинта **7** провести грубе наведення на фокус та закріпити столик гвинтом **8**. Точне фокусування здійснити обертанням в тому чи іншому напрямку мікрогвинта **1**;
- дослідити структуру в різних ділянках шліфа, для чого перемістити предметний столик за допомогою гвинтів **6**.

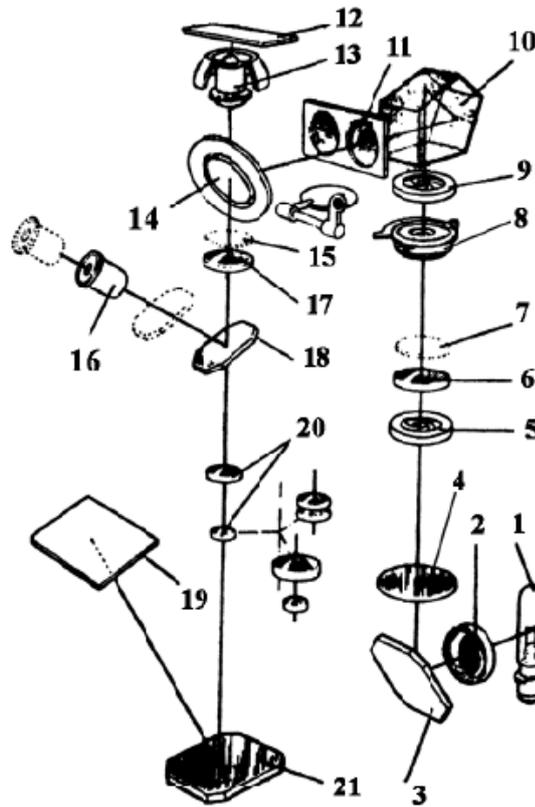


Рис. 3.5. Оптична схема мікроскопа:

- 1 – електрична лампа; 2 – світлофільтр; 3 – дзеркало; 4 – лінза; 5 – апертурна діафрагма; 6 – лінза; 7 – поляризатор; 8 – фотозатвор; 9 – польова діафрагма; 10 – пентапризма; 11 – лінза; 12 – предметний столик; 13 – об’єктв; 14 – віддзеркалювальна пластина; 15 – заслінка (при роботі у темному полі); 16 – окуляр; 17 – лінза; 18 – дзеркало; 19 – матове скло; 20 – фотоокуляр; 21 – дзеркало

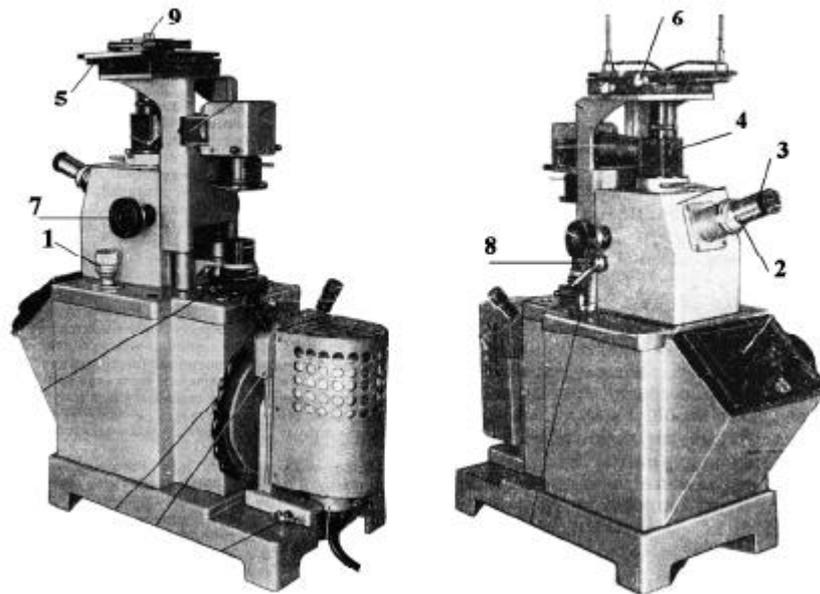


Рис. 3.6. Загальний вигляд мікроскопа МІМ-7:

- 1 – мікрогвинт; 2 – візуальний тубус; 3 – змінний окуляр; 4 – ілюмінаторний тубус зі змінним об’єктивом; 5 – предметний столик; 6 – гвинти переміщення столика; 7 – макрогвинт; 8 – фіксуючий гвинт; 9 – зразок

3.2. Завдання

Коротко описати призначення макро- та мікроаналізу. Накреслити оптичну схему мікроскопа МІМ-7, вказати його основні системи та їх призначення.

3.3. Контрольні запитання

1. Сутність і призначення макроаналізу.
2. Що таке макроструктура? Види її контролю.
3. Види зламів. Яким чином за виглядом зламу визначається характер руйнування матеріалу: крихке, в'язке або втомне ?
4. Що таке макрошліф? Методика його приготування.
5. Макроструктура литого та гарячедеформованого металів, їх особливості.
6. Як впливає розміщення волокон після гарячої деформації на механічні властивості матеріалу виробів ?
7. Макроаналіз зварних з'єднань.
8. Сутність і призначення мікроаналізу.
9. Методика приготування мікрошліфів. Чим відрізняються технології приготування макро- та мікрошліфів?
10. Які деталі будови металу можна виявити на шліфах до та після травлення?
11. Механізм виявлення структури при травленні.
12. Будова металографічного мікроскопа.
13. Як визначається роздільна здатність мікроскопа, його корисне та практичне збільшення?
14. Хід променів в оптичному мікроскопі МІМ-7.

3.4. Матеріали, інструменти, прилади та обладнання

Металографічні мікроскопи МІМ-7 та МІМ-5; набір зразків для проведення макро- та мікроаналізу; альбоми з фотографіями макро- та мікроструктур; реактиви для травлення шліфів: 10%-й водний розчин азотної кислоти для виявлення макроструктури та 4%-й розчин азотної кислоти в етиловому спирті для виявлення мікроструктури.

3.5. Вказівки з техніки безпеки

Робота виконується відповідно до загальної інструкції з техніки безпеки (додаток А).

3.6. Порядок проведення лабораторної роботи

1. Вивчити будову литого та гарячедеформованого металів, визначити особливості макроструктури.
2. Вивчити та охарактеризувати злами зразків, за видом зламів встановити характер руйнування.
3. Виявити будову та дефекти зварних зразків після їх травлення в реактиві. Реактив налити у ванночку, зразок шліфованою поверхнею опустити у реактив і витримати 2...3 хвилини до появи бурих оксидів. Витягнути зразок з реактиву, промити проточною водою, просушити фільтрувальним папером або струменем гарячого повітря.
4. Вивчити будову мікроскопа, дослідити мікроструктури зразків залізвуглецевих сплавів.
5. Зарисувати та описати макроструктури вивчених зразків. Зарисувати і описати будову зламів.
6. Зарисувати і описати мікроструктуру досліджених зразків до та після травлення (сталі з різним вмістом вуглецю та чавуни із вкрапленнями графіту). Визначити робоче збільшення мікроскопа.

3.7. Зміст звіту

Мета роботи, загальні відомості (пункт. 3.2, 3.3, 3.3, 3.5), схеми макро- і мікроструктури відповідно до порядку проведення роботи. Привести необхідні пояснення і характеристики структури.

3.8. Рекомендована література:

Геллер Ю.А., Рахштадт А.Г. Материаловедение: методы анализа, лабораторные работы и задачи / Ю. Геллер, А. Рахштад. – М.:Металлургия, 1983. – с. 9-83.

Корисне відео:

https://www.youtube.com/watch?v=9_honU9cg-4 – оптичний мікроскоп

<https://www.youtube.com/watch?v=GnwzCU5BzRU> – характеристики оптичного мікроскопа

<https://www.youtube.com/watch?v=43cYrlDaU8k> – металографічний мікроскоп

https://www.youtube.com/watch?v=Ewmq_evQs38 – металографічний мікроскоп МІ-1

<https://www.youtube.com/watch?v=J3zvnz1FJ-s> – лабораторія металографії

<https://www.youtube.com/watch?v=TXNRNgOaarU> – будова металів

<https://www.youtube.com/watch?v=-GQ6QU5H458> – макро- та мікроаналіз

https://www.youtube.com/watch?v=rni_U3KZpus – макроструктурний аналіз металів

Звіт з лабораторної роботи для перевірки та оцінювання до дати наступного заняття надіслати на електронну пошту викладача tmkts_nno@ztu.edu.ua

Лабораторна робота підлягає обов'язковому захисту!