

ЛЕКЦІЯ 19

МІКРОСКОПІЧНИЙ ТА РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ

Мікроскопічний аналіз полягає в дослідженні структури матеріалів при великих збільшеннях (більше 50 разів) з допомогою мікроскопу на спеціально підготовлених зразках. Будова (структура) металів, яка вивчається з допомогою мікроаналізу, називається *мікроструктурою*.

В залежності від потрібного збільшення для чіткого спостереження фаз, їх кількості, форми і розподілу, тобто структури в цілому, в мікроскопах використовують:

- біле світло і звичайні оптичні системи, що є комбінацією скляних лінз і призм (оптична мікроскопія, збільшення до 1 500 разів).

- електронні промені або, точніше, потік електронів для створення оптичних систем, для яких потрібно застосовувати електромагнітні або електростатичні лінзи (електронна мікроскопія, збільшення до 1 000 000 разів).

Завдання мікроаналізу:

- визначення фазового складу і структури сплавів у рівноважному стані;
- визначення нерівноважних структур (після гартування);
- визначення характеру обробки металу;
- визначення розміру зерна і включень, кількості неметалевих включень методами кількісної металографії.

Зразок металу, підготовлений для мікроаналізу, називається *мікрошліфом*. Приготування мікрошліфа полягає у вирізанні зразка, шліфуванні та поліруванні його до дзеркального блиску, травленні спеціальними реактивами.

Як правило, зразки мають діаметр 12 мм у випадку циліндричного зразка і 12 x 12 мм – у випадку зразка прямокутної форми. Висота зразків складає 10-15 мм. Якщо зразки невеликі (дріт, тонкі листи, дрібний ріжучий інструмент, шматки деталей), то для приготування шліфів їх затискають у струбцини або заливають в оправках легкоплавкими матеріалами (сплав Вуда, сірка, бакеліт тощо).

Шліфування шліфів відбувається вручну, або на крузі, що обертається, шліфувальним папером з поступовим переходом від паперу більшої зернистості до меншої аж до повного зникнення рисок.

При переході від одного номера зернистості до другого необхідно очищувати зразок від абразиву і змінювати напрям шліфування на 90°. Для шліфування можна також використовувати спеціальні пасти (паста ГОІ, яка складається із оксиду хрому, стеарину, олеїнової кислоти, соди, гасу і має три сорти зернистості – тонкий, середній, грубий; хромоалюмінієві пасти, які відрізняються від пасти ГОІ добавкою оксиду алюмінію).

Полірування знімає дрібні дефекти поверхні, риски, які залишились після шліфування. Застосовують механічний, хіміко - механічний та електрохімічний способи полірування.

Механічне полірування здійснюють на верстатах, які мають круги, що обертаються. На круг натягують полірувальний матеріал - фетр, сукно, на який наносять дрібні частинки абразивних матеріалів - оксидів алюмінію, заліза або хрому у вигляді водної суспензії або алмазні пасти марки АСМ або АМ. Для грубого полірування використовують абразиви з розміром зерна 1-10 мкм, для тонкого – до 1 мкм.

У випадку хіміко-механічного полірування використовують полірувальні абразивні частинки разом з хімічними речовинами (наприклад, розчин жовтої кров'яної солі), що сприяє більш швидкому поліруванню.

Електролітичне полірування проводять у ваннах, наповнених електролітом (фосфорна, сірчана, хлорна кислоти), де зразок є анодом, а катодом – свинець, мідь, алюміній, цинк. Головною перевагою електролітичного полірування є висока швидкість отримання дзеркальної поверхні при відсутності будь-яких спотворень структури у поверхневому шарі.

Після полірування будь-яким методом мікрошліф промивають водою, потім спиртом і просушують фільтрувальним папером.

При дослідженні поверхні металу під мікроскопом безпосередньо після полірування на світлому полі можна виявити окремі темні і сірі крапки та лінії, які можуть бути як неметалевими включеннями (оксиди, сульфід, шлаки, силікати, графіт, нітриди), так і дефектами поверхні зразка, які не були усунуті після полірування (раковини, мікротріщини, сліди обробки).

Для вивчення структури після перегляду нетравленого шліфа його піддають травленню, що дозволяє визначити кількість, розміри, форму, взаємне розташування і кількісне співвідношення фазових і структурних складових.

Травлення полягає у взаємодії металу поверхні мікрошліфа з хімічно активними розчинами лугів, солей, кислот в спирті або воді в залежності від властивостей і будови досліджуваного металу. При травленні реактив взаємодіє з різними ділянками поверхні, що приводить до різного ступеню їх протравлюваності. Для мікроскопічного дослідження структури металів використовують металографічні мікроскопи марок МІМ - 7, МІМ - 8М, МІМ - 10, ММР - 4, за допомогою яких розглядають шліфи у відбитому світлі і які можуть використовуватись для дослідження будови непрозорих предметів (металів, пластмас, мінералокераміки і т.п.).

Реактиви для дослідження мікроструктури сплавів

Назва реактиву	Склад реактиву	Призначення і особливості застосування
1. Реактиви для травлення заліза і його сплавів		
1.1 Для травлення вуглецевих, низьколегованих сталей і чавунів		
1. Спиртовий розчин азотної кислоти (реактив Іжевського)	Азотна кислота 1 - 5 мл, етиловий або метиловий спирт 100 мл.	Реактиви забарвлюють перліт в темний колір, виявляють границі зерен фериту, структуру мартенситу і продуктів відпуску
2. Спиртовий розчин пікринової кислоти (реактив Іжевського)	Пікринова кислота (кристалічна) 3 – 5 мл, етиловий або метиловий спирт 100 мл.	Застосовують для виявлення структури азотованої і цементованої сталі. Зі збільшенням кількості азотної кислоти в реактиві Іжевського зростає швидкість травлення. Час травлення від декількох секунд до хвилини
3. Розчин азотної і пікринової кислоти	Азотна кислота 2-4 мл, пікринова кислота 22 г, етиловий спирт 100 мл	Для виявлення границі зерен в загартованій сталі
4. Розчин азотної і соляної кислоти	Азотна кислота 25 мл, соляна кислота 50 мл, двохромовокислий калій 12 г, вода 25 мл	Для виявлення величини зерен в загартованій сталі.
1.2. Для травлення високолегованих сталей і нікелевих сплавів		

5. Розчин азотної і соляної кислот в гліцерині	Азотна кислота 10 мл, соляна кислота 20 - 30 мл, гліцерин 30 мл	Для виявлення структури високохромових, швидкокорізальних, аустенітних марганцевих сталей в загартованому стані рекомендують проводити по чергове травлення і полірування
6. Царська горілка	Соляна кислота 3 ч., азотна кислота 1 ч.	Для виявлення структури нержавіючих сталей і сплавів. Перед використанням реактив потрібно витримати 20 - 30 год.
7. Солянокислий розчин хлорного заліза	Хлорне залізо 5 г, соляна кислота 50 мл, вода 100 мл	Для дослідження структури високонікелевої нержавіючої аустенітної сталі
8. Розчин хромової і соляної кислот	Соляна кислота 50 мл, хромова кислота (10% - на) 50 мл	Для виявлення структури термічно обробленої аустенітної сталі
9. Солянокислий розчин мідного купоросу (реактив Марбе)	Сірковокисла мідь 10 г, соляна кислота 50 мл, вода (або етиловий спирт) 50 мл	Для виявлення структури високолегованої аустенітної сталі
10. Розчин хромпіку в соляній і азотній кислотах	Соляна кислота 45 мл, азотна кислота 50 мл, двохромовокислий калій 12 г	Для виявлення структури сплавів типу німонік
1.3. Для виявлення карбідів, фосфідів, вольфрамідів		

11. Лужний розчин пікрату натрію	Пікринова кислота 2 г, їдкий натр 25 г, вода 100 мл	Для виявлення цементиту, який забарвлюється в темний колір, карбіди хрому і вольфраму не забарвлюються. Реактиви застосовують в киплячому стані
12. Лужний розчин червоної кров'яної солі (реактив Муракамі)	Червона кров'яна сіль 10 г, їдкий калій 10 г, вода 100 г.	Застосовують в теплому стані для виявлення хромистих карбідів, вольфрамідів у швидкорізальних і інших сталях. Цей реактив виявляє фосфіди, в фосфідній евтектиці. Фосфід забарвлюється в темний колір
II. Реактиви для травлення міді і мідних сплавів		
13. Солянокислий розчин хлорного заліза	Хлорне залізо 10 г, соляна кислота 25 мл, вода 100 мл або хлорне залізо 5 г, соляна кислота 10 мл, вода 100 мл	Для виявлення структури міді, латуні, олов'янистої і алюмінієвої бронз, сплавів вісмут - сурма і інших. В латунях β -фаза забарвлюється в темний колір. Застосовують також для виявлення макробудови.
14. Аміачний розчин подвійної солі хлорної міді і хлорного амонію	Подвійна сіль 10 г, вода 100 мл, аміак до одержання нейтральної або кислотної реакції	Для виявлення структури міді і її сплавів, двохфазних латуней (β -фаза забарвлюється в темний колір)
15. Розчин персульфату амонію	Персульфат амонію 10 г, вода 90 мл	Для виявлення структури міді, латуні,

		олов'янистої бронзи, монель-металу.
III. Реактиви для травлення алюмінієвих сплавів		
16. Плавикова кислота	Плавикова кислота (48%) 0,5 мл, вода 99,5 мл	Для виявлення структури дуралюмінів і литих сплавів на алюмінієвій основі.
17. Розчин кислот	Плавикова кислота концентрована 1,0 мл, соляна кислота 1,5 мл, азотна кислота 2,5 мл, вода 95 мл	Для виявлення мікроструктури в сплавах типу дуралюмін.

Металографічний мікроскоп складається з оптичної системи, освітлювальної системи з апаратурою для фотографування і механічної системи.

В оптичну систему входять об'єктив, окуляр, дзеркала, призми і т.п. Об'єктив дає обернене збільшене дійсне зображення об'єкта і є системою лінз, розташованих в одній оправі, що знаходиться безпосередньо біля шліфа. Певний підбір корекційних лінз в об'єктиві дозволяє усунути явища хроматичної і сферичної абераций.

Хроматичною аберациєю називається неоднакове заломлення лінзою променів різного кольору (різної довжини хвиль), які не мають однієї загальної точки сходження (фокусу). Хроматична аберация погіршує чіткість зображення, її можна повністю усунути лише застосуванням монохроматичного світла. В мікроскопах об'єктиви випускають двох типів: ахромати, які застосовують при малих і середніх збільшеннях і апохромати, які застосовують при великих збільшеннях.

Сферична аберация полягає в тому, що промені, заломлені краєм лінзи і центральною її частиною, не сходяться в одній точці, що також погіршує чіткість зображення. Для зменшення цього виду аберация об'єктив виготовляють із двох лінз - випуклої і ввігнутої, які мають однакову, але різнонаправлену сферичну аберацию.

Окуляр - це система лінз, розміщених в одній оправі і звернених до ока спостерігача. Окуляри виправляють оптичні дефекти і дають уявне збільшене зображення, отримане об'єктивом.

В металографічних мікроскопах використовують окуляри трьох типів; звичайні (Гюйгенса), компенсаційні і проєкційні. Звичайні використовують для роботи з ахроматичними об'єктивами (тобто для невеликих збільшень). Компенсаційні

застосовують з апохроматичними об'єктивами, а проєкційні використовують при фотографуванні шліфів.

Звичайні окуляри збільшують від 2 до 15 разів, компенсаційні до 25 разів, тоді як збільшення об'єктивів бувають від 9 до 95 разів.

Корисне збільшення мікроскопу визначається за формулою:

$$M = d_1 / d,$$

де d_1 – максимальна роздільна здатність людського ока, рівна 0,3 мм;

d – максимальна роздільна здатність оптичної системи.

Роздільна здатність – це величина, обернена мінімальній відстані між двома точками, при якій точки розрізняються окремо.

Величина d визначається з умови дифракції світла і визначається в умовах прямого освітлення формулою:

$$d = \lambda / 2n \cdot \sin \alpha/2,$$

де λ – довжина хвилі світла (для білого світла 600 нм),

n – коефіцієнт заломлення середовища між об'єктивом і шліфом (для повітря $n = 1$, для кедрового масла - імерсійного середовища $n = 1,51$),

$\alpha/2$ – половина кута розкриття вхідного світлового пучка ($\alpha/2_{\max} = 70^\circ$).

Величина $n \sin \alpha/2$ називається **числовою апертурою** об'єктива (A). Чим вона більша, тим більше максимальне збільшення мікроскопу. Наприклад, для об'єктива з апертурою 0,65 максимальне збільшення оптичної системи рівне 650.

Для чіткого зображення об'єкту потрібно, щоб загальне збільшення не перевищувало корисне збільшення системи, яке можна прийняти 500 - 1000 апертур взятого об'єктива.

Загальне збільшення мікроскопу визначають за формулою:

$$V_M = V_{\text{ок.}} \cdot V_{\text{об.}}$$

Збільшення окулярів і об'єктивів вказують на їх металевій оправі і в таблицях паспорту мікроскопа.

Освітлювальна система

Шліф освітлюють за допомогою освітлювальної системи, яка складається з джерела світла, лінз, світлофільтрів і діафрагм. Як джерело світла, як правило використовують низьковольтні електричні лампи розжарювання, потужні кварцеві лампи і ксенонові лампи високого тиску. При візуальному спостереженні рекомендують жовто-зелені фільтри, як найбільш чутливі для людського ока.

Дослідження структури під мікроскопом проводять у світлому, темному і поляризованому світлі.

Основні дослідження проводять у світлому полі. В темному полі можна чітко виявити окремі, в основному, виступаючі над поверхнею мікрошліфа структурні складові. Це додатковий метод дослідження. Поляризоване світло, тобто світло, хвилі якого знаходяться в одній певній площині, застосовують для виявлення, в основному, неметалевих включень.

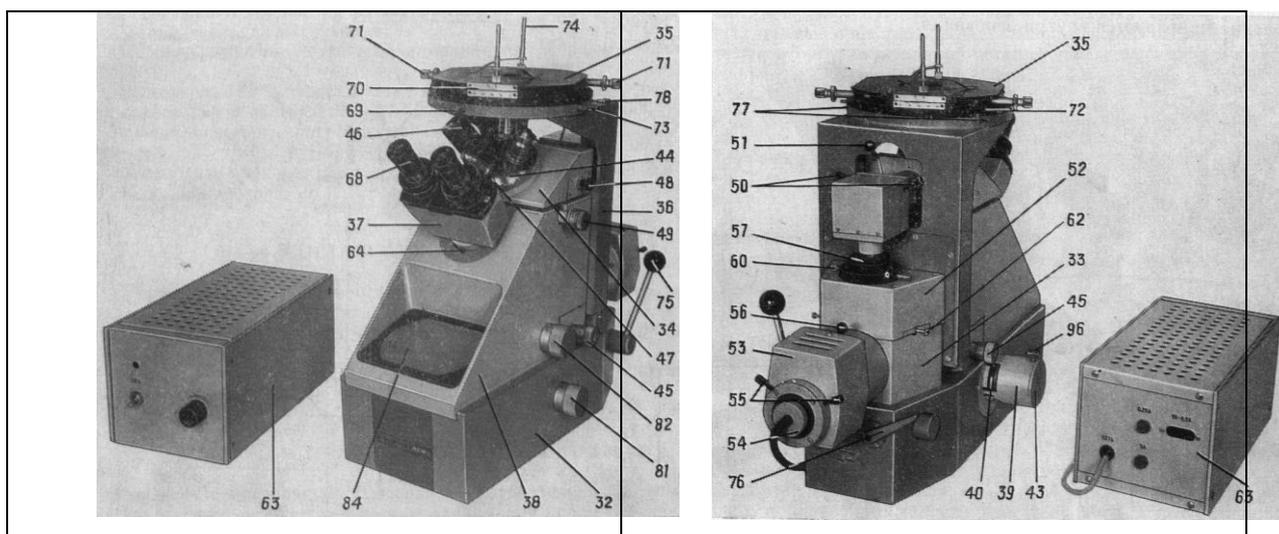
Механічна система мікроскопа

Металографічний мікроскоп має штатив, тубус, предметний столик, гвинти грубого і точного фокусування.

Типи металографічних мікроскопів

За будовою розрізняють вертикальні і горизонтальні мікроскопи. Вертикальний мікроскоп МІМ - 7 дозволяє проводити дослідження у світлому або темному полі, при вертикальному або косому освітленні, а також в поляризованому світлі. Збільшення мікроскопа МІМ - 7 – 60... 1440 разів.

Мікроскоп ММР - 4 за конструкцією та можливостями переважає мікроскоп МІМ - 7. Його перевагою є наявність револьверної головки, в яку вмонтовано шість об'єтивів, поворот якої включає в оптичну систему той чи інший об'єктив. Крім того, мікроскоп має систему лінз, що дозволяє змінювати збільшення мікроскопу в 2 - 3 рази без зміни фокусування. Це досягається обертанням рукоятки. Мікроскоп дозволяє використовувати метод фазового контрасту шляхом включення кільцевої діафрагми 5, а в систему спостереження - фазової пластинки 18. Мікроскоп має бінокулярну насадку, що покращує можливості спостереження структури дослідником.



Загальний вигляд металографічного мікроскопа ММР - 4.

КОНТРОЛЬНІ ПИТАННЯ

1. Мета виконання мікроскопічного аналізу?
2. З чого складається оптична система мікроскопу?
3. Як визначають корисне збільшення мікроскопу?
4. Що таке роздільна здатність?
5. Типи металографічних мікроскопів.