

Учебное издание

**Свидунович** Николай Александрович

**Окатова** Галина Павловна

**Куис** Дмитрий Валерьевич

**МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И ТЕХНОЛОГИЯ  
КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Лабораторный практикум с использованием металлографического  
комплекса

Редактор Е. С. Ватенчкина

Подписано в печать 2007. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>16</sub>.

Бумага офсетная. Гарнитура. Таймс. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 7,2. Уч.-изд. л. 7,4.

Тираж экз. Заказ

Учреждение образования

«Белорусский государственный технологический университет».

220050. Минск, ул. Свердлова, 13а.

ЛИ №02330/0133255 от 30.04.2004.

Отпечатано в лаборатории полиграфии учреждения образования

«Белорусский государственный технологический университет».

220050. Минск, ул. Свердлова, 13а.

ЛП № 02330/0056739 от 22.01.2004.

Учреждение образования  
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

**Н. А. Свидунович, Г. П. Окатова, Д. В. Куис**

**МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И  
ТЕХНОЛОГИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ  
МАТЕРИАЛОВ**

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ С  
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО  
КОМПЛЕКСА**

Минск 2007

## **ВВЕДЕНИЕ**

Целью экономистов и инженеров является технико-экономическое обоснование и внедрение новейших технологий во все отрасли промышленности. При этом успешная работа экономиста будет невозможной без учета закономерностей и тенденций в развитии основных отраслей промышленности, без умения находить и обосновывать наиболее эффективные пути развития техники и технологий. Знание технологических процессов позволит ему выявлять пути рационального использования имеющихся резервов и роста производства, внедрять в производство научно-технические достижения; выбирать наиболее эффективные способы применения ресурсов; правильно определять производственный потенциал предприятий и их возможности в освоении новых технологий. При этом весьма полезным может оказаться исторический опыт технического развития стран.

Например, промышленность США сегодня производит 37% мирового валового продукта при численности населения менее 5% от числа людей на Земле. США утратили лидерство в производстве стали, начали меньше уделять внимания автомобильной промышленности, а более нанотехнологиям. И это не случайно. Сегодня 1 кг микросхем стоит столько, сколько стоят 3 кг золота (примерно 35 тыс. долл. США) или 100 т. стали.

Объектом изучения материаловедения являются материалы, используемые в различных областях промышленности, в том числе и в машиностроении. Задача этой науки заключается в создании алгоритмов получения материалов и установлении зависимости между их составом, структурой и свойствами. Материаловедение имеет ярко выраженный прикладной характер и располагает многими методами изучения связи физико-химических параметров материалов с их технологическими свойствами.

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Задачей курса «Материаловедение» является изучение строения и свойств материалов, используемых в машиностроении, с целью получения навыков их правильного применения при создании надежных в работе и экономичных конструкций.

Термическая обработка - наиболее универсальный и радикальный путь повышения прочности, долговечности и других полезных качеств металлов. Повышение прочности позволяет существенно сократить удельный вес конструкций, повысить их надежность и долговечность. В связи с этим в лабораторном практикуме представлены работы по основным процессам термообработки, чтобы студент приобрел навыки самостоятельного выбора и разработки наиболее эффективного технологического процесса термической обработки для различных деталей и инструментов с использованием новейших достижений в этой области.

Лабораторные работы имеют единую структуру: в начале сформулирована цель работы, затем дана теория в достаточном для подготовки студентов к занятиям объеме, в конце перечислены задания к выполнению и оформлению работы, приведены контрольные вопросы. В зависимости от объема курса и специальности студентов методика проведения занятий может быть изменена, сами же работы - сокращены или расширены.

Студенты должны до начала проведения работы самостоятельно ознакомиться с теоретическим материалом по указанной теме, используя настоящий практикум или другие источники, рекомендованные преподавателем.

Каждый студент должен представить отчет о выполненной лабораторной работе.

## **Лабораторная работа № 1**

### **МЕТОДОЛОГИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ**

**Цель работы:** ознакомление с методами исследования состояния и определения свойств материалов.

**Задание:** 1. Ознакомиться с методами исследования состояния и определения свойств материалов. 2. Посетить научно-исследовательскую лабораторию «Физико-химических методов исследования». 3. Ознакомиться с исследовательским оборудованием на кафедре материаловедения и технологии металлов. 4. Подготовить отчет по работе.

#### **Общие сведения**

Материаловедение изучает закономерности формирования структуры материалов при:

- затвердевании;
- пластическом деформировании;
- термической обработке.

Материаловедение показывает взаимосвязь комплекса физико-механических свойств материалов со структурой; обосновывает обеспечение прочности, надежности и долговечности деталей при рациональном выборе материалов с учетом условий эксплуатации.

С позиций эксплуатационных требований рассматривает особенности:

- свойств;
- обработки;
- применения металлических и неметаллических материалов современных приборов и машин.

#### **1. Современные методы исследования**

Получение современных многокомпонентных сложнолегированных материалов для деталей, работающих в экстремальных условиях эксплуатации, требует научного обоснования оптимальных параметров технологических процессов и выбора

состава во взаимосвязи с надежностью деталей. Для этого необходимо знать механизмы структурообразования.

Это возможно лишь при использовании современной инструментальной техники и разработки методик исследования на классы материалов, а иногда и на каждый конкретный материал.

В последнее время произошло бурное развитие аппаратуры микрондогового анализа с высокими показателями локальности и разрешающей способности, с возможностью статистической обработки полученных результатов исследования, с применением компьютерного обеспечения.

Современные металлографические комплексы, рентгеновские дифрактометры, сканирующие электронные микроскопы (СЭМ) высшего класса, снабженные рентгеновскими спектрометрами по дисперсии энергии (СЭД) и волновой дисперсии (СВД), с программами качественного и количественного элементного анализа, микрорентгеноспектральные анализаторы (МРСА), просвечивающие электронные микроскопы (ПЭМ) представляют исследователю практически неограниченные возможности для изучения механизмов структурообразования по топографии, композиционному и микрохимическому составам, для проведения фрактографического анализа поверхностей изломов, всегда указывающих на слабое место конструкции или материала. Незаменимой сегодня является возможность одновременно с изучением поверхности излома определять состав включений, ответственных за разрушение. Использование СЭМ в комплексе с СЭД, СВД и ПЭМ значительно расширяет точности идентификации структурного состояния деталей, а следовательно, и прогнозирования их надежности.

Одним из наиболее важных и распространенных методов изучения строения металлов и сплавов является рентгеноструктурный анализ. В основе этого метода лежит рассеяние рентгеновских лучей (обычно используют рентгеновские лучи с длиной волны порядка размера атома) электронами твердого тела. Анализ дифракционной картины позволяет определить атомно-кристаллическую структуру вещества. Разработаны специальные методы прикладного рентгеноструктурного анализа, которые предоставляют возможность исследовать различные нарушения кристаллического строения, устанавливать напряжения в металлах, проводить качественный и количественный фазовые анализы сплавов, исследовать характер колебания атомов (динамику решетки).

В случае использования сложных по составу сплавов исследование всегда начинается с установления его химического состава. Средний состав сплава определяется методами аналитической химии и спектрального анализа. Однако, если сплав состоит из нескольких фаз разных составов и надо знать состав каждой фазы, то применяют метод фазового химического анализа. Для этого сплав подвергают растворению (электролизу) таким образом, чтобы интересующая исследователя фаза не растворилась, а остальные растворились. Отфильтровав нерастворимый осадок и сделав химический анализ, устанавливают состав определяемой фазы. Так, в частности, изучают состав карбидов (соединений металлов с углеродом) в стали (карбидный анализ).

Высокая точность при определении распределения компонентов в сталях достигается при использовании метода рентгеноспектрального микроанализа (микрозонда), который основан на анализе рентгеновского характеристического излучения, возникающего при облучении исследуемого объекта узким (до 1 мкм) пучком электронов (зондом). По длине волны и интенсивности рентгеновского излучения определяют, какие элементы и в каком количестве присутствуют в выбранном зондом микрообъеме. Для выбора исследуемого участка на образце применяют световой микроскоп. С помощью микрозонда определяют все элементы от бора (порядковый номер  $Z - 5$ ) до урана ( $Z - 92$ ). Для элементов с  $Z > 11$  минимальная концентрация элемента, обнаруживаемая микрозондом, составляет сотые (а при оптимальных условиях и тысячные) доли процента. Для более легких элементов чувствительность метода хуже.

Ценность метода микрозонда заключается не столько в его чувствительности, сколько в локальности, т. е. способности осуществлять анализ небольших объемов материала (до 0,2 мкм<sup>8</sup>). В настоящее время микрозонды выпускаются, как правило, в виде приставок к СЭМ, при этом оба прибора удачно дополняют друг друга. Например, имеется возможность выяснения причины того или иного типа разрушения с учетом химической неоднородности (сегрегации атомов по месту разрушения - очаге), что позволяет достоверно выяснить причину возникновения разрушения.

В БГТУ функционирует научно-исследовательская лаборатория «Физико-химических методов исследования». При этом она специализируется на проведении научно-исследовательских работ по

изучению структуры, химического состава, свойств, физико-химических особенностей и характеристик широкого круга материалов, природных и синтетических объектов, индивидуальных веществ и сложнейших химических соединений.

Научно-исследовательская лаборатория оснащена современными приборами исследовательского класса лучших мировых производителей, сложным аналитическим оборудованием, на котором работают высококвалифицированные специалисты. Совокупность методов исследований, представленных в лаборатории, позволяет комплексно изучать сложные объекты и решать актуальные научные задачи.

В научно-исследовательской лаборатории представлены следующие методы исследования: атомно-абсорбционная спектроскопия, высокоэффективная жидкостная хроматография и хромато-масс-спектрометрия, газовая хроматография, ИК-спектроскопия и ИК-спектроскопия с Фурье преобразованием, определение удельной поверхности и пористости, оптическая микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия и электронная дифракция, сканирующая электронная микроскопия с химическим микроанализом, термогравиметрический анализ и дифференциальная сканирующая калориметрия, рентгенофазовый анализ, рентгенофлуоресцентный элементный анализ.

На кафедре материаловедения и технологии металлов в настоящее время установлены:

1) универсальный световой микроскоп МИ-1, регистрирующий фотоизображение на цифровую камеру Nikon Colorpix-4300 с фотоадаптером, имеющий программу обработки изображений при помощи программного комплекса AutoScan на персональном компьютере Windows XP;

2) атомно-эмиссионный многоканальный спектрометр ЭМАС-200Д, имеющий:

- диапазон измеряемых концентраций 0,00001-70%;
- многоэлементный ( $\leq 20$ ) анализ за одно измерение;
- возможность определения до 70 элементов;
- погрешность измерений 3-5 относительных процентов.

Имеющееся исследовательское оборудование позволяет проводить изучение и раскрытие механизмов структурообразования, определяющих свойства деталей и позволяющих устанавливать критерии получения оптимальных служебных свойств материалов.

Установление критериев получения оптимальных служебных свойств материалов в процессе их создания и контроля при производстве деталей из них и после эксплуатации в полной мере возможно при комплексном подходе к проведению исследования (рис. 1).

Подробное описание исследуемых деталей.  
 Постановка задачи исследования.  
 Литературный поиск (анализ предыдущих исследований).  
 Построение гипотезы предполагаемых результатов исследований.

ЭТАП 1. ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ МАКРО - И МИКРОИССЛЕДОВАНИЯ

Отбор на исследование значимых по технологическим вариантам образцов (схема)

Химический анализ	РФА	Испытания свойств
Металлография всех образцов	Замеры макротвердости	ДТА
Статистическая обработка результатов всех исследований		

Анализ результатов предварительного исследования:  
 - установление металлографических критериев оценки состояния;  
 - предварительная оценка фазового состава;  
 - уточнение гипотезы предполагаемых результатов;  
 - постановка конкретной задачи исследования методами электронно-зондового анализа (ЭЗА);  
 - отбор значимых образцов на исследование методами ЭЗА;  
 - оценка размеров структурных составляющих и выбор методов ЭЗА с соответствующим разрешением и локальностью

ЭТАП 2. ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРО - И СУБМИКРОСТРУКТУРЫ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВОГО АНАЛИЗА

Прецизионная подготовка образцов к исследованию.  
 Предварительное исследование по зонам и отдельным фазам.

Фрактограммы и микроструктура в СЭМ	← Элементный состав методами микрорентгеноспектрального анализа →	Субмикроструктура в ПЭМ
Разрешение – 1-5 нм	Локальность 0,1 мкм	Разрешение – 1-10 Å

Анализ полученных результатов исследования методами ЭЗА

Дополнительное прицельное исследование методами ЭЗА

Рис. 1. Полная схема исследования ответственных деталей

### ЭТАП 3. ИТОГОВЫЙ АНАЛИЗ

Установление значимых структурных критериев оценки состояния, определяющих служебные свойства.

Проведение исследований для набора данных по установленным критериям.

Статистическая обработка результатов.

Окончательный анализ, разработка гипотезы о механизме структурообразования при производстве и в процессе эксплуатации.

### ЭТАП 4. ВЫРАБОТКА РЕКОМЕНДАЦИЙ

Разработка научно обоснованных рекомендаций по оптимизации работоспособности деталей по:

- составу;
- технологическим параметрам;
- эксплуатационным свойствам.

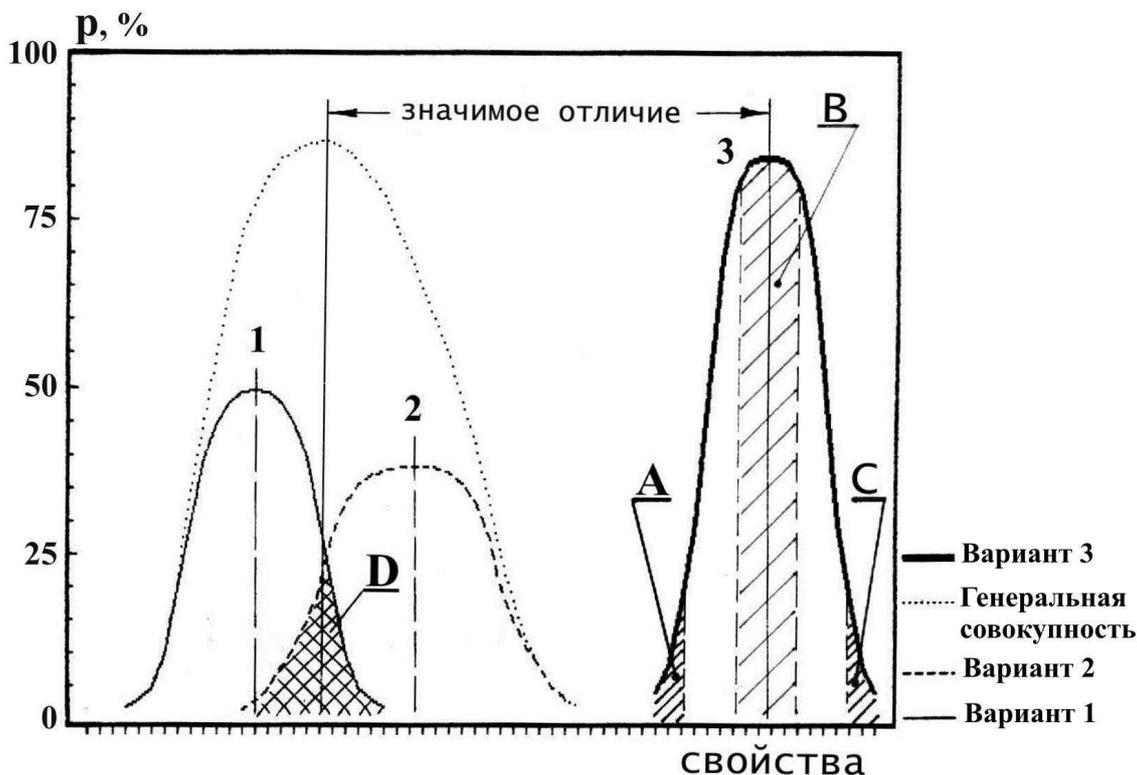


Рис. 2. Кривые нормального распределения результатов испытаний свойств образцов, полученных по вариантам 1, 2, 3 (различия по химическому составу, технологическим параметрам и т. п.)

На рис. 2 представлена схема отбора образцов на комплексное исследование. Из анализа кривых видно, что образцы вариантов 1 и 2 статистически относятся к одной генеральной совокупности, т. е. варианты 1 и 2 по полученным свойствам практически не отличаются между собой, а по варианту 3 получается материал, который имеет более высокие свойства, значительно отличающиеся от получаемых по вариантам 1 и 2.

*A, B, C, D* - области отбора образцов на исследование;

*A* - образцы с самыми низкими свойствами в варианте 3;

*B* - наиболее представительные образцы варианта 3;

*C* - образцы с самыми высокими свойствами в варианте 3;

*D* - область совпадающих значений свойств в образцах, полученных по вариантам 1 и 2, статистически относящихся к одной генеральной совокупности.

Изучив по комплексной методике состояние образцов из областей *A, B, C* и *D* во взаимосвязи с их конкретными свойствами, можно установить структурные критерии оценки для определения направлений повышения служебных свойств материала (оптимизации технологических параметров, состава), для проведения контроля качества с целью сертификации или отбраковки не отвечающих требованиям деталей, для определения их остаточной работоспособности при ремонте и т. д.

### **Порядок выполнения работы**

Ознакомиться с основными задачами и особенностями курса «Материаловедение».

Изучить современные методы исследования материалов.

Ознакомиться с устройством и принципом действия оборудования, которым оснащена лаборатория «Физико-химических методов исследования» и кафедра материаловедения и технологии металлов.

Определить основные принципы установления структуры и свойств материалов с помощью сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, а также спектрального анализа.

Рассмотреть схемы отбора образцов на комплексное исследование и полную схему исследования ответственных деталей.

Составить отчет по работе.

### **Содержание отчета**

При составлении отчета необходимо четко указать задачи курса «Материаловедение», определить основные особенности дисциплины, описать основные методы исследования структуры и свойств материалов, изложить схемы отбора образцов на комплексное исследование и полную схему исследования ответственных деталей.

### **Контрольные вопросы**

1. Что изучает «Материаловедение» и с какой целью?
2. Какой вид обработки металлических материалов является наиболее универсальным и радикальным методом повышения прочности, долговечности и других полезных качеств металлов?
3. На какие свойства влияет повышение прочности материалов?
4. Какие закономерности формирования структуры изучает материаловедение?
5. С чем связан комплекс физико-механических свойств материалов?
6. Обеспечение каких свойств материалов обосновывает «Материаловедение» при рациональном выборе материалов с учетом условий эксплуатации?
7. Какие особенности с позиций эксплуатационных требований рассматривает «Материаловедение»?
8. Для чего необходимо раскрытие механизмов структурообразования, определяющих свойства деталей?
9. Перечислите современные методы исследования и оборудование для идентификации структурного состояния деталей и прогнозирования их работоспособности.
10. Что исследуется методом рентгеноструктурного анализа?
11. Какими методами определяется средний химический состав сплава?
12. С помощью какого метода обеспечивается высокая точность при определении распределения компонентов в сталях, на чем основан метод?

13. Какова локальность метода рентгеноспектрального микроанализа?

14. Какова специализация научно-исследовательской лаборатории «Физико-химических методов исследования»?

15. Перечислите исследовательское оборудование кафедры материаловедения и технологии металлов.

16. Расскажите о схеме отбора образцов на комплексное исследование и о полной схеме исследования ответственных деталей.

## **Лабораторная работа № 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТВЕРДОСТИ МЕТАЛЛОВ**

**Цель работы:** ознакомление с методами определения твердости металлов; определение твердости на приборах Бринелля и Роквелла.

**Оборудование и материалы:** приборы Бринелля и Роквелла для определения твердости, лупа, образцы металлов различной твердости, инденторы для измерений в виде стального шарика (для прибора Бринелля) и алмазного конуса (для прибора Роквелла).

**Задания:** 1. Ознакомиться с понятием твердости. 2. Изучить основные методы измерения твердости. 3. Ознакомиться с устройством и принципом действия приборов для измерения твердости по Бринеллю и Роквеллу. 4. Произвести измерения и снять показания при измерении твердости на приборах Бринелля и Роквелла. 5. Подготовить отчет по работе.

### **Общие сведения**

**Твердостью** называют свойство материала оказывать сопротивление пластической деформации при контактном воздействии нагрузки. В большинстве случаев при испытании твердости производят вдавливание в испытуемый материал индентора, изготовленного из значительно более твердого материала, чем испытуемый.

В результате вдавливания с достаточно большой нагрузкой поверхностные слои материала, находящиеся под индентором и вблизи него, пластически деформируются. После снятия нагрузки остается отпечаток. Особенность происходящей при этом деформации заключается в том, что она протекает только в небольшом объеме, окруженном недеформированным материалом. В таких условиях

испытания, близких к всестороннему неравномерному сжатию, возникают главным образом касательные напряжения, а доля растягивающих напряжений незначительна по сравнению с получаемыми при других видах механических испытаний (на растяжение, изгиб, кручение, сжатие). Поэтому при измерении твердости вдавливанием пластическую деформацию испытывают не только пластичные, но и непластичные материалы, например чугун, которые при обычных механических испытаниях (на растяжение, сжатие, кручение, изгиб) разрушаются хрупко без макроскопически заметной пластической деформации.

Между твердостью пластичных материалов, определяемой способом вдавливания, и другими механическими свойствами (главным образом пределом прочности) существует количественная зависимость. Это связано с тем, что при испытаниях на растяжение наибольшей нагрузке, предшествующей разрушению и отнесенной к первоначальной площади (предел прочности), отвечает местная пластическая деформация (образование шейки), а не разрушение образца. Такая пластическая деформация аналогична деформации, создаваемой в поверхностных слоях металла при измерении твердости вдавливанием наконечника.

Подобная количественная зависимость не наблюдается для хрупких материалов, которые при испытаниях на растяжение разрушаются без заметной пластической деформации, а при измерении твердости получают пластическую деформацию. Однако в ряде случаев и для этих материалов (например, серых чугунов) отмечается количественная зависимость между пределом прочности и твердостью: возрастанию твердости обычно соответствует увеличение предела прочности.

Испытание на твердость благодаря своей простоте, а также возможности производить замеры на готовых изделиях без их разрушения и повреждения получило очень широкое распространение. Для деталей, подвергнутых химико-термической обработке (цементации, азотированию и т. п.), и закаленных инструментальных сталей определение твердости является основным методом испытания при оценке качества изделий.

## **1. Определение твердости по Бринеллю**

Согласно ГОСТ 9012-59, при определении твердости по Бринеллю в испытуемый материал вдавливается индентор в виде стального шарика определенного диаметра  $D$  под нагрузкой  $P$  в течение определенного времени (рис. 3).

При выборе диаметра шарика  $D$ , нагрузки  $P$  и продолжительности выдержки под нагрузкой необходимо руководствоваться данными, приведенными в табл. 1.

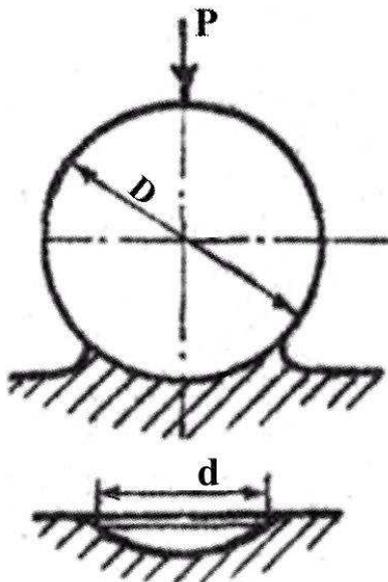


Рис. 3. Схема испытания на твердость по Бринеллю

Более продолжительные выдержки под нагрузкой для цветных металлов объясняются пониженными температурами отдыха и рекристаллизации по сравнению с черными металлами.

Число твердости по Бринеллю обозначают через НВ, Па, и рассчитывают по формуле

$$\text{НВ} = \frac{P}{F},$$

где:  $P$  - нагрузка, Н;  $F$  - площадь поверхности отпечатка (лунки), мм<sup>2</sup>.

$F$  может быть выражена через диаметр шарика  $D$  и диаметр отпечатка  $d$ :

тогда

$$F = \frac{\pi D^2}{2} - \frac{\pi D}{2} \sqrt{D^2 - d^2} = \frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2}),$$

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

В практике определений твердости по Бринеллю этих вычислений не делают, а пользуются табл. 1, составленной для установленных диаметров шариков, отпечатков и нагрузок, по которым находят числа твердости.

Таблица 1

**Данные для выбора диаметра шарика  $D$  и нагрузки  $P$  и продолжительности выдержки под нагрузкой в зависимости от вида и толщины испытываемого материала**

Материал	Пределы измерения в единицах твердости по Бринеллю, МПа	Минимальная толщина испытываемого образца, мм	Соотношение между нагрузкой $P$ и диаметром шарика $D$	Диаметр шарика $D$ , мм	Нагрузка $P$ , Н	Выдержка под нагрузкой, с
Черные металлы	1400-4500	6-3 4-2 <2	$P = 300D^2$	10,0 5,0 2,5	30 000 7 500 1 875	10
	<1400	>6 6-3 <3	$P = 100D^2$	10,0 5,0 2,5	10 000 2 500 625	10
Цветные металлы	>1300	6-3 4-2 <2	$P = 300D^2$	10,0 5,0 2,5	30 000 7 500 1 875	30
	350-1300	9-3 6-3 <3	$P = 100D^2$	10,0 5,0 2,5	10 000 2 500 625	30
	80-350	>6 6-3 <3	$P = 250D^2$	10,0 5,0 2,5	2 500 625 156	60

Чтобы показать, при каких условиях измерялась твердость по Бринеллю, применяют следующий условный метод записи.

Например, HB5 (7500) 10 означает, что испытание проводилось

- шариком диаметром 5 мм;
- под нагрузкой 7500 Н;
- в течение 10 с.

Если соблюдались следующие условия: диаметр шарика 10 мм, нагрузка 30000 Н, время выдержки 10 с, то индексы не ставят.

Между числом твердости по Бринеллю НВ и пределом прочности при растяжении  $\sigma_B$  существуют следующие соотношения:

Сталь (НВ = 1250-1750)	$\sigma_B = 0,343 \text{ НВ}$
Сталь (НВ >1750)	$\sigma_B = 0,362 \text{ НВ}$
Серый чугун	$\sigma_B = (\text{НВ}-40)/6$
Алюминиевое литье	$\sigma_B = 0,26 \text{ НВ}$
Медь, латунь, бронза:	
- отожженные	$\sigma_B = 0,55 \text{ НВ}$
- наклепанные	$\sigma_B = 0,40 \text{ НВ}$

### **Описание установки определения твердости по Бринеллю**

Твердость по Бринеллю определяют на прессах с гидравлическим или механическим приводом нагружения. Схема автоматического рычажного пресса показана на рис. 4.

В верхней части станины 1 имеется шпиндель 7, в который вставляется наконечник с шариком 6. Может быть вставлен один из трех наконечников: с шариком диаметром 10; 5 или 2,5 мм. Столик 4 служит для установки на нем испытуемого образца 5. Вращением по часовой стрелке рукоятки 15 приводят в движение винт 3, который, перемещаясь вверх, поднимает столик 4, образец 5 прижимается к шарiku 6. Рукоятку 15 вращают до упора, пока шарик 6 плотно не соприкоснется с образцом; при этом пружина 8 сжимается до отказа и создается предварительная нагрузка 1000 Н.

Электродвигатель 13, который включают нажатием кнопки, расположенной сбоку пресса, приводит во вращение эксцентрик 2. При вращении эксцентрика 2 шатун 9, перемещаясь вниз, опускает рычаг 10 и соединенную с ним подвеску 11 с грузами 12, создавая этим нагрузку на шарик, который вдавливаются в образец. По окончании определенного промежутка времени, заданного реле времени, при дальнейшем вращении эксцентрик 2 перемещает шатун 9 вверх, который поднимает рычаг 10 и подвеску 11 с грузами 12, снимая этим нагрузку с шарика. Когда рычаг и подвеска с грузами

достигнут исходного положения, автоматически дается сигнал и электродвигатель выключается.

Твердость по Бринеллю измеряют на прессе следующим образом. Устанавливают испытуемый образец (деталь) на столике 4 шлифованной поверхностью кверху. Центр отпечатка должен находиться от края образца на расстоянии не менее диаметра шарика, а от центра соседнего отпечатка – на расстоянии не менее двух диаметров шарика. Доводят образец до соприкосновения с шариком 6 вращением маховика 15 по часовой стрелке до полного упора. Включают электродвигатель 13 нажатием кнопки пускателя и следят за ходом испытания. Нагрузка на образец, выключение мотора и освобождение образца от нагрузки происходит автоматически. При приложении полной нагрузки происходит опускание рычага с грузами, далее осуществляется выдержка под нагрузкой в течение 15 с, после чего рычаг с грузами поднимается в исходное положение и прибор автоматически отключается. После отключения прибора основная нагрузка перестает действовать на образец, но продолжает действовать предварительная. Опусканием столика с испытуемым образцом вращением маховика против часовой стрелки осуществляется снятие предварительной нагрузки. При окончании испытания на приборе определения твердости по Бринеллю на образце остается отпечаток круглой формы.

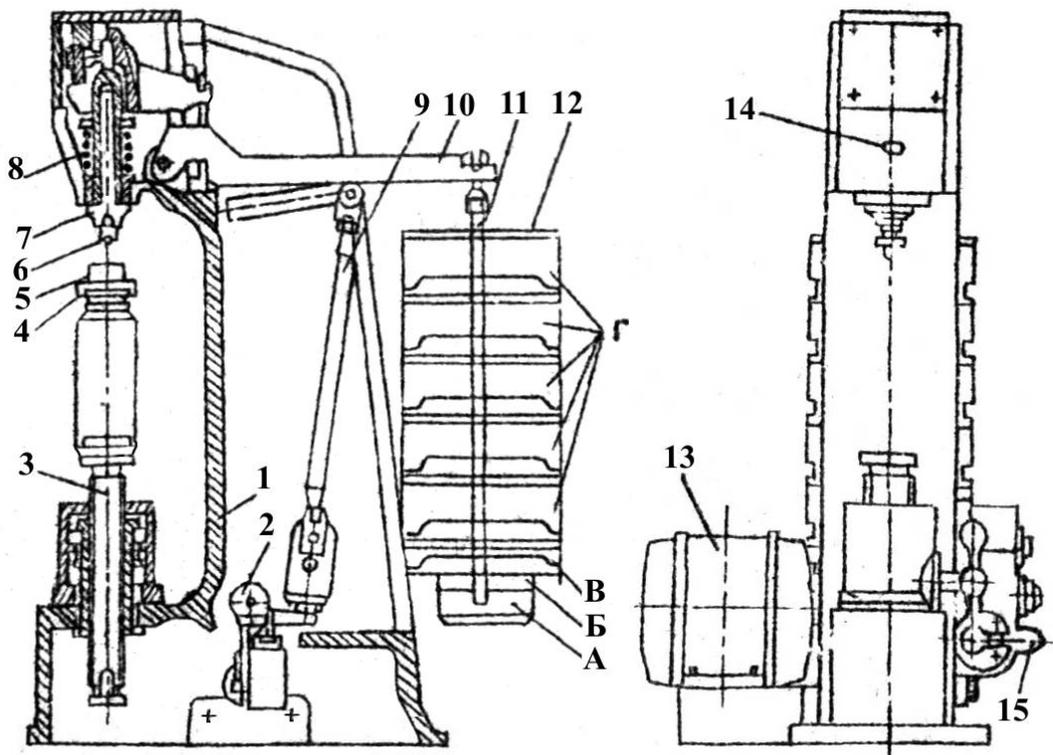


Рис. 4. Схема автоматического рычажного пресса для определения твердости

Полученный отпечаток измеряют с помощью специальной лупы с нанесенной на окуляре линейкой (разметкой) в двух взаимно перпендикулярных направлениях, диаметр отпечатка определяется как среднее арифметическое двух измерений. Лупу со шкалой (рис. 5), малое деление которой равно 0,05 мм, нижней опорной частью надо плотно установить на поверхность испытуемого образца, над отпечатком; вырез (окно) в нижней части лупы обратить к свету.

Поворачивая окуляр, необходимо добиться, чтобы края отпечатка были резко очерчены. Затем, передвигая лупу, надо один край отпечатка совместить с началом шкалы. Деление шкалы, с которым совпадает противоположный край отпечатка, и будет соответствовать размеру диаметра отпечатка. Далее лупу или образец следует повернуть на  $90^\circ$  и измерить диаметр отпечатка второй раз.

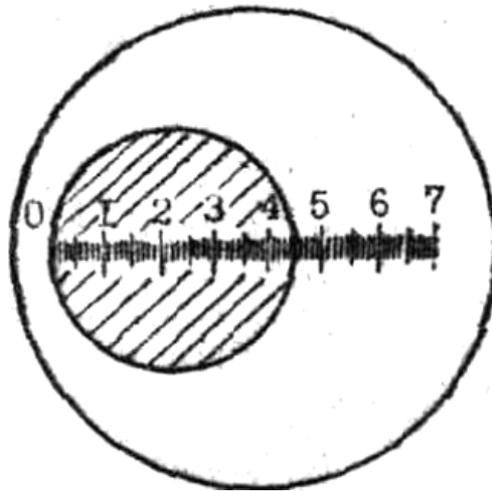


Рис. 5. Отсчет по шкале лупы

Для получения правильной характеристики твердости данного материала необходимы еще два повторных испытания на твердость того же образца.

Измерение твердости по Бринеллю не является универсальным способом. Этот способ не позволяет:

- 1) испытывать материалы твердостью более 4500 МПа;
- 2) измерять твердость тонкого поверхностного слоя (толщиной менее 1-2 мм), так как стальной шарик продавливает этот слой и проникает на большую глубину. Толщина измеряемого слоя (или образца) должна быть не менее 10-кратной глубины отпечатка.

## 2. Определение твердости по Роквеллу

Испытание на твердость по Роквеллу, согласно ГОСТ 9013-59, производят вдавливанием в испытуемый образец (деталь) алмазного конуса с углом при вершине  $120^\circ$  или стального закаленного шарика диаметром 1,588 мм. Шарик и конус вдавливают в образец под действием двух последовательно прилагаемых нагрузок – предварительной  $P_0$  и основной  $P_1$ . Общая нагрузка  $P$  будет равна сумме предварительной  $P_0$  и основной  $P_1$  нагрузок (рис. 6):

$$P = P_0 + P_1.$$

Предварительная нагрузка  $P_0$  во всех случаях равна 100 Н, основная  $P_1$  и общая  $P$  нагрузки при вдавливании стального шарика (шкала В) составляют:

$$P_1 = 900 \text{ Н}, P = 100 + 900 = 1000 \text{ Н},$$

а при вдавливании алмазного конуса (шкала С)

$$P_1 = 1400 \text{ Н}, \\ P = 100 + 1400 = 1500 \text{ Н},$$

при вдавливании алмазного конуса (шкала А)

$$P_1 = 500 \text{ Н}, \\ P = 100 + 500 = 600 \text{ Н}.$$

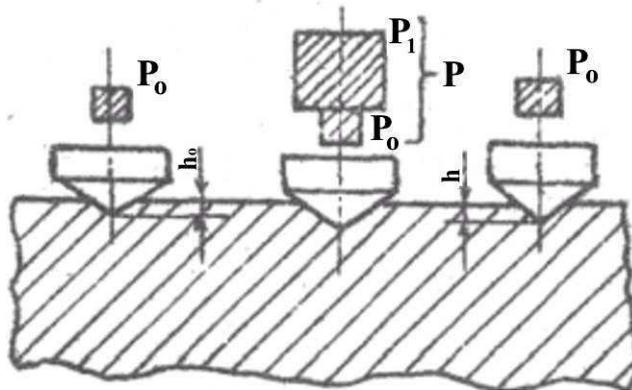


Рис. 6. Схемы испытания на твердость по Роквеллу

Число твердости по Роквеллу - отвлеченное и выражается в условных единицах.

За единицу твердости принята величина, соответствующая осевому перемещению наконечника на 0,002 мм. Число твердости по Роквеллу - HR рассчитывается по формулам:

при измерении по шкале В	$HR = 130 - e,$
при измерения во шкалам С и А	$HR = 100 - e.$

Величина  $e$  определяется из выражения:

$$e = \frac{(h - h_0)}{0,002},$$

где:  $h$  - глубина внедрения наконечника в испытуемый материал под действием общей нагрузки  $P$ , измеренная после снятия основной нагрузки  $P_1$ , с оставлением предварительной нагрузки  $P_0$ ;  $h_0$  - глубина внедрения наконечника в испытуемый материал под действием предварительной нагрузки  $h_0$  (рис. 6).

В зависимости от того, применяют шарик или алмазный конус, а также от нагрузки, при которой проводят испытание (т. е. по какой шкале: В, С или А), число твердости обозначают HRB, HRC, HRA.

### **2.1. Измерение твердости очень тонких поверхностных слоев и твердых материалов**

В настоящее время для измерения твердости очень тонких поверхностных слоев и твердых материалов (особенно для материалов твердостью более 7000 МПа) применяют приборы типа супер-Роквелл, с помощью которых твердость измеряют с меньшей нагрузкой и меньшей глубиной вдавливания. Предварительная нагрузка составляет 30 Н, а каждое деление (единица шкалы) индикатора соответствует глубине вдавливания, равной 1 мкм (0,001 мм). Эти приборы обладают большей чувствительностью и пригодны для измерения твердости более тонких деталей и поверхностных слоев. Кроме того, расстояние между центрами отпечатков может быть принято на этих приборах несколько меньше, что необходимо для проведения некоторых исследований.

### **2.2. Описание установки определения твердости по Роквеллу**

Определение твердости на приборе типа Роквелла имеет широкое применение, так как этот прибор дает возможность испытывать мягкие, твердые, а также тонкие материалы. Отпечатки от конуса или шарика очень малы, поэтому можно испытывать готовые детали без их порчи. Испытание легко выполнимо и занимает мало времени (несколько секунд); не требуется никаких измерений, а число твердости читается прямо на шкале. Значения твердости по Роквеллу могут быть переведены в значения твердости по Бринеллю.

Схема прибора для определения твердости по Роквеллу (тип ТК-2) показана на рис. 7.

Шпиндель *1* прибора служит для закрепления на его конце с помощью винта *4* оправки *5* с шариком или алмазным (из твердого сплава) конусом. Постоянный груз *17* создает нагрузку 600 Н; если на постоянный груз *17* установлен груз *18* (400 Н), то создается нагрузка 1000 Н, а если установлен груз *18* и груз *19* (500 Н), то создается нагрузка 1500 Н.

Стол 7 служит для установки на нем испытуемого образца 6. При вращении по часовой стрелке маховика 8 приводится в движение винт 11, который, перемещаясь вверх, поднимает стол 7, и образец 6 подводится к оправке 5 с шариком или алмазным конусом. При дальнейшем вращении маховика 8 сжимается пружина 2, шарик или алмазный конус начинает вдавливаться в испытуемый образец 6, а стрелки поворачиваются по шкале индикатора 23. При вращении маховика 8 до тех пор, пока образец не упрется в ограничительный чехол, производят прикладывание предварительной нагрузки. В данном случае малая стрелка 1 индикатора вращается против часовой стрелки, а большая стрелка 3 – по часовой (рис. 8, а). Вращение маховика 8 продолжают до тех пор, пока большая 3 и малая 1 стрелки индикатора не установятся (с погрешностью  $\pm 5$  делений) приблизительно в вертикальном положении параллельно друг другу (рис. 8, б). Таким образом, создается и начинает действовать на образец предварительная нагрузка, равная 100 Н. Точную установку шкалы индикатора на нуль производят при помощи барабана 9 (рис. 7) тросиком 22, закрепленном на корпусе индикатора.

Циферблат индикатора может иметь две шкалы, в зависимости от типа прибора: черную (А и С), красную (В). Независимо от того, что вдавливается в испытуемый образец - алмазный конус или шарик - с большой стрелкой индикатора всегда совмещается нуль черной шкалы со значком С. Большую стрелку с нулевым штрихом краевой шкалы со значком В не совмещают. Приведение в действие основной нагрузки осуществляется с помощью привода 12 от электродвигателя, работающего непрерывно и отключенного с помощью тумблера 13 только при длительных перерывах в работе прибора.

Нажатием клавиши 10 приводят в действие кулачковый блок 15 механизма привода 12, передача от которого к грузовому рычагу 21 производится с помощью штока 14. При этом подвеска 20 с грузами 17-19 опускается, обеспечивая действие основной нагрузки; создается общая нагрузка (предварительная + основная).

Под действием основной нагрузки шарик или алмазный конус все глубже проникает в испытуемый образец. После окончания вдавливания основная нагрузка, действовавшая на образец, автоматически снимается и остается предварительная нагрузка. При этом большая стрелка индикатора перемещается по часовой стрелке и указывает на шкале индикатора число твердости по Роквеллу (рис. 8,

в). При испытании алмазным конусом под нагрузкой 1500 или 600 Н отсчет производят по черной шкале, а при испытании шариком под нагрузкой 1000 Н – по красной шкале.

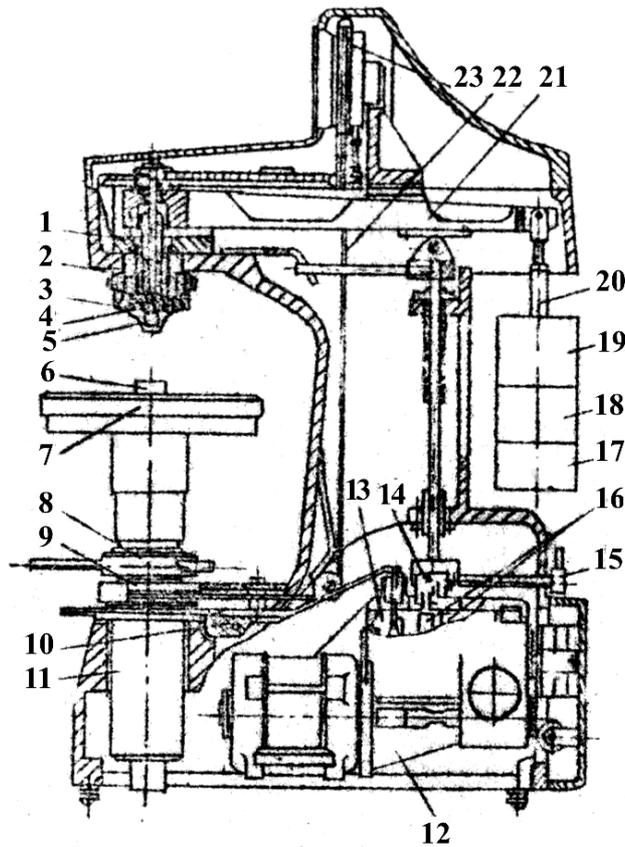
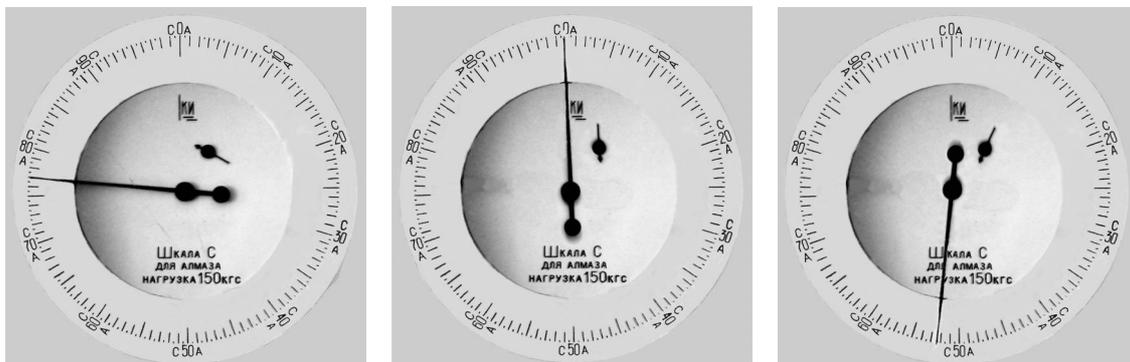


Рис. 7. Схема прибора ТК-2

По окончании цикла испытания кулачковый блок автоматически отключается и фиксируется в исходном положении. Нормальная продолжительность цикла испытания - 4 с, ускоренный цикл испытания - 2 с.



*a*
*б*
*в*

Рис. 8. Последовательное перемещение стрелок на циферблате прибора ТК-2 при вдавливании алмазного конуса

При вращении маховика 8 против часовой стрелки стол 7 опускается, и образец б освобождается от действия предварительной нагрузки.

Нагрузку и наконечник выбирают в зависимости от твердости испытуемого металла (табл. 2).

Таблица 2

**Выбор нагрузки и наконечника для испытаний на твердость по Роквеллу**

Обозначение шкалы	Вид наконечника	Нагрузки, Н	Обозначение твердости по Роквеллу	Пределы измерения в единицах твердости по Роквеллу
В	Стальной шарик	1000	HRB	25-100
С	Алмазный конус	1500	HRC	20-67
А	То же	600	HRA	70-85

Поверхности образца как испытуемая, так и опорная должны быть плоскими, параллельными друг другу и не должны иметь таких дефектов, как окалина, забоины, грязь, различные покрытия.

**Примечание.** Для испытания неотчетливых деталей твердостью HRC 20-50 допускается применение наконечника из твердого сплава.

Все дефекты поверхности образца должны быть удалены мелкозернистым наждачным кругом, напильником или наждачной бумагой. При обработке поверхности образец не должен нагреваться свыше 100-150°C. Перед испытанием на твердость по Роквеллу необходимо произвести контроль прибора с целью определения точности его показаний.

Контроль прибора осуществляют при помощи контрольных брусков, твердость которых заранее известна. При проверке показания прибора должны находиться в пределах чисел твердости, обозначенных на контрольных брусках. Если твердость по прибору не соответствует твердости контрольных брусков, вводится соответствующая поправка.

### 3. Экспериментальная часть

Испытание на твердость по Роквеллу производят следующим образом.

1. В конец шпинделя *1* прибора (см. рис. 7) закрепить оправку с алмазным (или из твердого сплава) конусом или шарик и установить необходимую нагрузку.

2. Установить испытуемый образец *6* на стол *7* прибора.

3. Вращением маховика *8* по часовой стрелке стол осторожно поднимать до тех пор, пока образец не упрется в ограничительный чехол; при этом малая и большая стрелки индикатора должна стать в строго вертикальном положении параллельно друг другу с погрешностью  $\pm 5$  делений – на нуль шкалы индикатора; если большая стрелка будет отклонена больше, чем на  $\pm 5$  делений относительно нулевого штриха шкалы, необходимо вращением маховика *8* против часовой стрелки опустить стол (снять предварительную нагрузку) и испытание провести вновь в другом месте образца.

4. Вращая барабан *9*, установить нуль шкалы *С* (черного цвета) против конца большой стрелки индикатора.

5. Плавным нажатием руки на клавишу *10* включить привод механизма нагружения.

6. После окончания цикла нагружения произвести отсчет по шкале индикатора.

7. Вращением маховика *8* против часовой стрелки опустить стол (снять предварительную нагрузку), образец передвинуть и повторить испытания в другом месте образца (на каждом образце должно быть проведено не менее трех испытаний). Расстояние центра отпечатка от края образца или от центра другого отпечатка должно составлять не менее 3 мм.

#### Порядок выполнения работы

Изучить устройство автоматического рычажного прессы для определения твердости по Бринеллю.

Установить для полученного образца условия испытания твердости по Бринеллю.

Провести испытания и измерить отпечатки с помощью лупы.

Изучить устройство прибора типа Роквелла.

Провести испытания твердости по Роквеллу.

Написать отчет по работе.

### Содержание отчета

При составлении отчета по работе необходимо описать сущность методов измерения твердости, привести схемы измерений, составить сводные таблицы экспериментальных данных (табл. 3, 4).

Таблица 3

#### Результаты испытаний на твердость по Бринеллю

Номер опыта	Материал, толщина образца, мм	Условия испытания (диаметр шарика $D$ , мм, и нагрузка $P$ , Н)	Диаметр отпечатка, мм			Твердость НВ			Среднее значение
			Отпечаток			Отпечаток			
			1-й	2-й	3-й	1-й	2-й	3-й	

Таблица 4

#### Результаты испытаний на твердость по Роквеллу

Номер опыта	Материал образца	Шкала	Твердость НR				Твердость по Бринеллю
			1-е измерение	2-е измерение	3-е измерение	Среднее значение	

### Контрольные вопросы

1. Характеристика твердости как свойства металла
2. Факторы, влияющие на твердость.
3. Основные методы измерения твердости.
4. Методика измерения твердости по Бринеллю.
5. Устройство и принцип действия прибора для измерения твердости по Бринеллю.
6. Как измеряют отпечаток, полученный при замере твердости по Бринеллю.
7. Твердость по Бринеллю (исходные факторы, преимущества и недостатки).
8. Твердость по Бринеллю (инденторы, нагрузки, пределы измерения).
9. Условный метод записи измерения твердости по Бринеллю.

10. Соотношение между числом твердости по Бринеллю HB и пределом прочности при растяжении  $\sigma_B$ .

11. Методика измерения твердости по Роквеллу.

12. Устройство и принцип действия прибора для измерения твердости по Роквеллу.

13. Твердость по Роквеллу: инденторы, нагрузки, шкалы.

14. Твердость по Роквеллу: преимущества и недостатки.

15. Принцип измерения твердости по Роквеллу, шкалы, области их применения.

16. Измерение твердости очень тонких поверхностных слоев и твердых материалов.

### **Лабораторная работа №3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ МЕТАЛЛОВ**

**Цель работы:** ознакомление с методами определения микротвердости металлов, а также с устройством и принципом действия приборов для измерения микротвердости.

**Оборудование и материалы:** микротвердомер 402 MVD, микрошлифы различных материалов.

**Задания:** 1. Ознакомиться с основными методами определения микротвердости. 2. Изучить устройство и принцип действия микротвердомера 402. 3. Подготовить отчет по работе.

#### **Общие сведения**

**Метод микротвердости** является единственным методом, который позволяет определить твердость фаз и структурных составляющих многокомпонентных сплавов и дает возможность решать вопросы, связанные с влиянием отдельных составляющих на упрочнение. Этим методом можно установить, какие легирующие компоненты играют главную роль в упрочнении сплава.

Цель измерения микротвердости:

- определение твердости отдельных зерен и структурных составляющих многокомпонентных сплавов (здесь метод микротвердости единственный), что имеет большое значение при изучении свойств и превращений в сплавах при их термической

обработке в производстве, структурных изменениях в эксплуатации и многих др.

- определение твердости отдельных микрообъемов образцов и деталей, имеющих отличия от основной массы их материала; это могут быть местные (поверхностные) упрочнения и разупрочнения (различные покрытия, наклепанные деформированием слои, и, в частности, разогрев и соответственно разупрочнение режущего лезвия инструмента и т. п.).

Метод микротвердости применяется для изучения внутрикристаллической ликвации, используется для построения диаграмм состояния.

Микротвердость первичных выделений кристаллов твердого раствора растет далеко за пределами его насыщения вторым компонентом. Зависимость микротвердости от состава твердого раствора в некоторых двойных сплавах приведена на рис. 9.

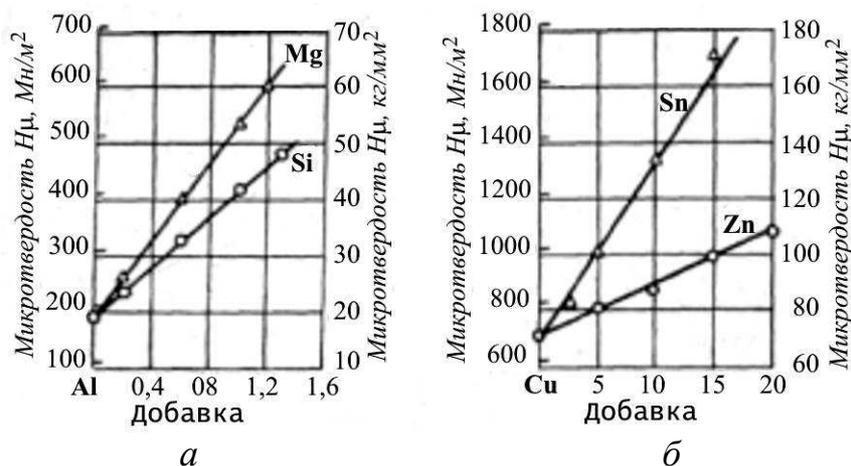


Рис. 9. Зависимости микротвердости от состава твердого раствора в системах:  
 а – Al – Mg, Al – Si;  
 б – Cu – Zn и Cu – Sn

Метод микротвердости можно с успехом применять для исследования процессов диффузии в металлических сплавах, так как величина микротвердости зависит от концентрации легирующего компонента в той или иной фазе.

Для исследования процессов диффузии в поверхностных слоях образца следует делать его косые срезы, что увеличивает размер исследуемой поверхности и точность измерений. В качестве примера на рис. 10 приведена кривая изменения содержания меди и величины

микротвердости плакирующего слоя и исходного сплава, дуралюмина, после термической обработки.

Метод микротвердости очень чувствителен к незначительным изменениям состава фаз, поэтому им можно пользоваться для изучения пределов растворимости. В случае ограниченной растворимости в твердом состоянии микротвердость растет по мере увеличения концентрации второго компонента в сплаве; при переходе за предел насыщения рост микротвердости раствора практически прекращается.

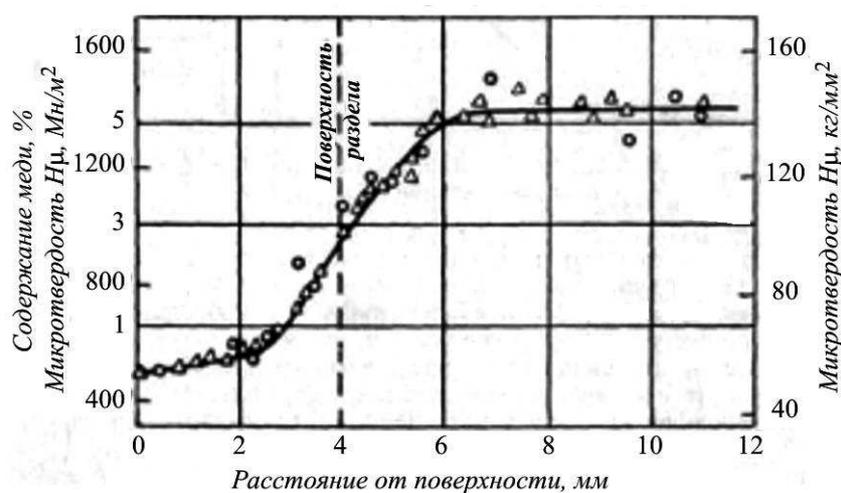


Рис. 10. Изменение содержания меди и микротвердости плакированных образцов дуралюмина после термообработки (косой срез через плакирующий слой):

- △ – данные измерений микротвердости;
- о – данные спектрального анализа

По данным ряда исследований для некоторых случаев взаимодействия компонентов построены диаграммы состав–микротвердость (рис. 11).

Микротвердость эвтектической смеси практически не меняется и определяется твердостью той составляющей, количество которой преобладает в эвтектической смеси. Наиболее интересен тот факт, что микротвердость эвтектики почти не зависит от высокой твердости кристаллов химического соединения, входящих в эвтектику.

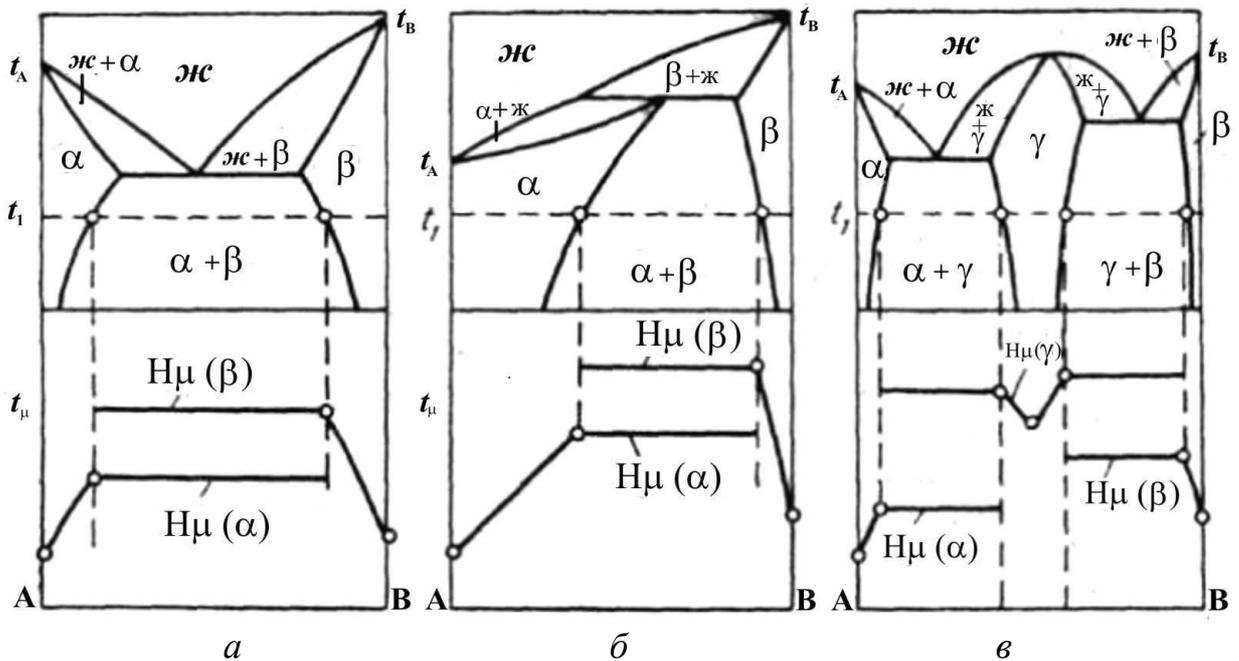


Рис. 11. Диаграммы состав – микротвердость для некоторых случаев взаимодействия компонентов:  
 а - случай с ограниченной растворимостью и эвтектикой;  
 б - случай с перитектикой;  
 в - случай с ограниченной растворимостью, химическим соединением и эвтектикой

В приложении (табл. 1–3) приведены значения микротвердости некоторых металлов, сплавов, а также фаз и структурных составляющих.

### 1. Измерение микротвердости

Для изучения свойств и превращений в сплавах необходимо не только знать «усредненную» твердость – макротвердость HB, HRC, HRA, HRB (рис. 12, а, б), представляющую твердость как результат суммарного влияния на нее присутствующих в сплаве фаз и структурных составляющих, но и определять микротвердость отдельных фаз и структурных составляющих сплава.

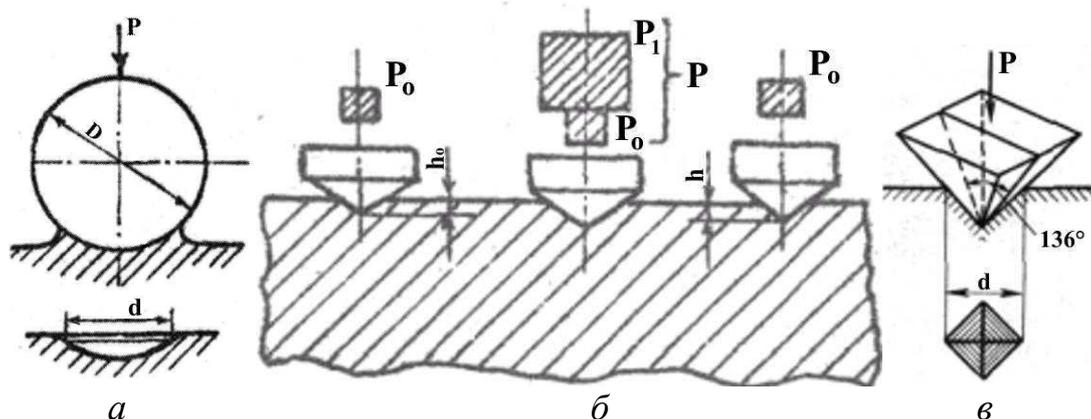


Рис. 12. Схемы испытания на твердость:  
*a* – по Бринеллю;  
*б* – по Роквеллу;  
*в* – по Виккерсу (алмазная пирамида)

Микротвердость устанавливают вдавливанием алмазной пирамиды (рис. 12, *в*).

Для определения микротвердости, согласно ГОСТ 9450-76, применяют следующие типы алмазных наконечников - инденторов:

- с четырехгранной пирамидой и квадратным основанием (индекс «кв»);
- с трехгранной пирамидой и основанием в виде равностороннего треугольника (индекс «тр»);
- с четырехгранной пирамидой и ромбическим основанием (индекс «рб»);
- бицилиндрический наконечник (индекс «ц»).

При измерении микротвердости чаще всего используют методы Виккерса (индентор с четырехгранной пирамидой и квадратным основанием) и Кнуупа (индентор с четырехгранной пирамидой и ромбическим основанием).

Для индентора Виккерса с четырехгранной пирамидой и квадратным основанием микротвердость рассчитывают по формуле:

$$H_{\square h} = \frac{P}{S} = \frac{2 \cdot P \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = \frac{1,854 \cdot P}{d^2}.$$

Для четырехгранной пирамиды с ромбическим основанием (по методу Кнупа) число микротвердости ( $H_{\diamond h}$ ) следует вычислять по формуле:

$$H_{\diamond h} = \frac{P}{S} = \frac{2 \cdot P \cdot \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2} \cdot \cos \frac{\beta}{2}}{l} = \frac{12,856 \cdot P}{l}.$$

где:  $P$  - нормальная нагрузка, приложенная к алмазному наконечнику, Н (кгс);  $S$  - условная площадь боковой поверхности полученного отпечатка, мм<sup>2</sup>;  $d$  - среднее арифметическое длин обеих диагоналей квадратного отпечатка, мкм;  $l$  - размер отпечатка (длина большой диагонали), мкм;  $\alpha, \beta$  - углы разных заострений алмазных наконечников, градусы.

Четырехгранная алмазная пирамида индентора имеет угол между гранями при вершине 136°, т. е. такой же, как и в пирамиде для измерения макротвердости по Виккерсу, что облегчает пересчет на числа Виккерса и значения HB, HRC, HRA, HRB.

В случаях, когда необходимо измерить тонкие образцы, покрытия малой толщины, тонкие поверхностные слои используется индентор Кнупа с четырехгранной пирамидой с ромбическим основанием и углом между гранями при вершине  $\alpha=172^\circ, \beta=130^\circ$ .

Глубина отпечатка составляет:

$$h_{\square} = \frac{1}{7}d \text{ при измерении индентором с квадратным основанием;}$$

$$h_{\diamond} = \frac{1}{30}d \text{ при измерении индентором с ромбическим основанием,}$$

что и позволяет проводить измерения тонких образцов и структурных составляющих без искажения результатов.

Для измерения микротвердости наибольшее распространение получил прибор типа ПМТ-3, разработанный М. М. Хрущевым и Е. С. Берковичем (рис. 13), который имеет штатив 8 вертикального микроскопа с тубусом, перемещающегося вверх и вниз с помощью микрометрического винта 6 и микрометрического винта 5. На верхний конец тубуса насажен окулярный микрометр 7, а в нижнем конце закреплены штوك 2 с алмазной пирамидой, опакиллюминатор 9 и объективы 11.

В опакиллюминаторе имеется лампочка напряжением 6 В, питаемая от электросети через трансформатор. С помощью микрометрических винтов *13* перемещают столик в необходимом направлении. Ручка *1* служит для поворота столика на 90°.

Прибор снабжен двумя объективами для просмотра микрошлифа при увеличениях в 135 и 478 крат. Окуляр увеличивает в 15 раз.

Окулярный микрометр имеет неподвижную сетку, отсчетный микрометрический барабанчик и каретку с подвижной сеткой. На неподвижной сетке длиной 5 мм нанесены штрихи с цифрами и угольник с прямым углом, вершина которого совпадает с цифрой 0. На подвижной сетке нанесен угольник с прямым углом и две риски.

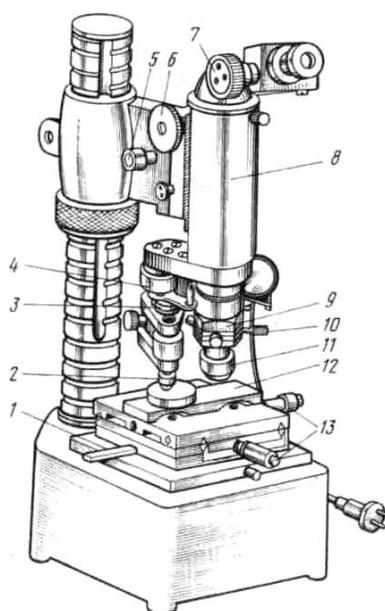


Рис. 13. Схема прибора ПМТ-3

В лабораторной работе изучается современный автоматизированный микротвердомер 402 MVD (рис. 14), позволяющий переводить изображение автоматического измерения отпечатка на экран монитора (рис. 15) персонального компьютера.

Поверхность измеряемого образца перед измерением микротвердости шлифуют и полируют, а при необходимости подвергают травлению реактивами, используемыми для микроанализа соответствующих сплавов.

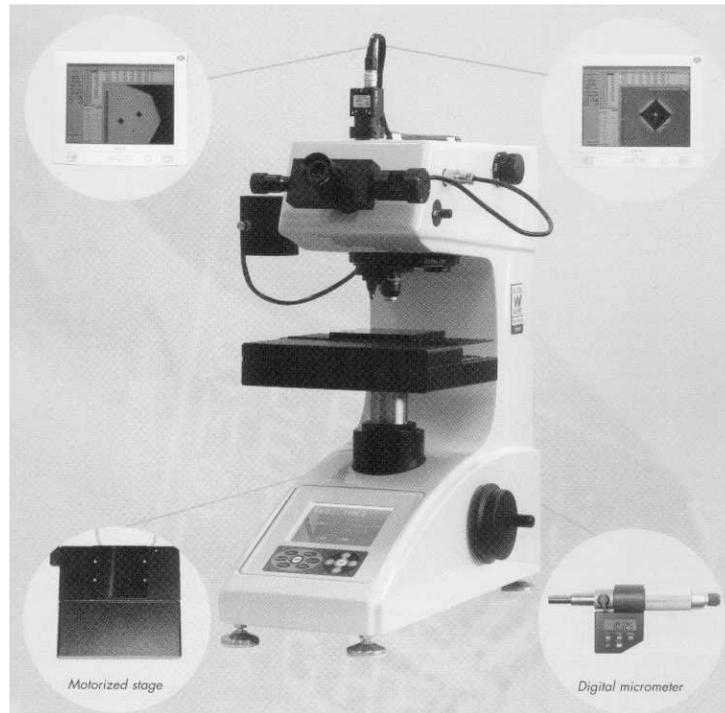


Рис. 14. Микротвердомер 402 MVD для измерения микротвердости

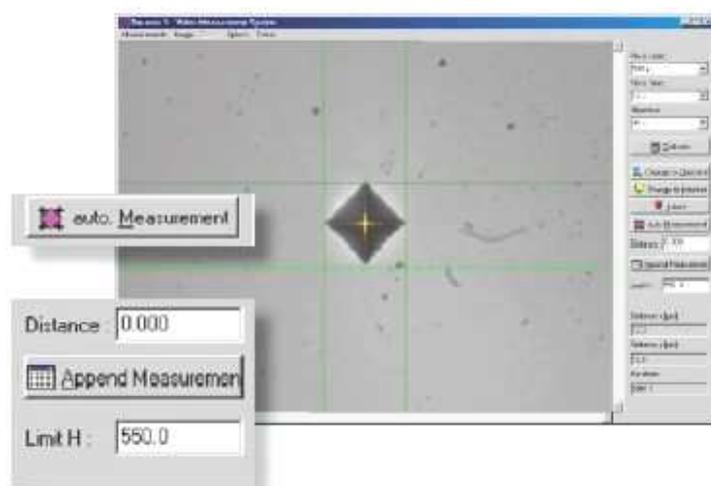


Рис. 15. Изображение автоматического измерения отпечатка через видеосистему высокого разрешения на ПК

При изготовлении микрошлифов для измерения микротвердости лучше применять электролитическое полирование, не вызывающее наклепа в тонком поверхностном слое.

Подготовленный образец (микрошлиф) устанавливают на столике микротвердомера 402 MVD так, чтобы исследуемая поверхность была параллельна плоскости столика и обращена вверх.

При испытании образцов сложной формы это достигается предварительной установкой образца в пластилин и выравниванием положения шлифуемой поверхности образца ручным прессом.

Установленный микрошлиф просматривают через окуляр и объективы микроскопа вначале с увеличением 100 раз, а затем – 400 раз. С помощью двух винтов столик передвигается в двух перпендикулярных направлениях, что позволяет перемещать микрошлиф и выбрать на нем участок, в котором необходимо измерить твердость. Этот участок следует разместить в середине поля зрения микроскопа. Затем выбирают нагрузки и производят indentирование. На цифровом LCD экране считываются полученные данные (рис. 16).



*LCD display shows online statistics and conversions during testing*

Рис. 16. Цифровой LCD экран

- твердость HV (5 цифр);
- длина диагонали D1, D2 (4 цифры);
- нагрузка в граммах;
- время приложения нагрузки;
- статистические данные (номер, среднее, текущее значение, медиана);
- нагрузки из 10-25-50-100-200-300-500-1000-2000 г;
- значения микротвердости по Виккерсу автоматически,

пересчитанные в значения твердости по Роквеллу, Бринеллю.

Указанные измерения полученного отпечатка проводят не менее двух-трех раз. Числа твердости в табл. 3, вычисленные по формуле  $H_{\mu} = 1,854P/d^2$ , представляют числа твердости по Виккерсу.

Для получения более точного результата измеряют твердость изучаемого участка микрошлифа, например одного зерна, два-три раза. Для этого необходимо, чтобы на площади одного и того же зерна (или карбида и т. д.) разместились, по крайней мере, два отпечатка. Исходя из этого условия, экспериментально подбирают величину нагрузки для исследования. Необходимо учесть, что при очень малых нагрузках могут получиться недостаточно точные результаты. Прибор позволяет фотографировать микроструктуру сплава с полученными отпечатками.

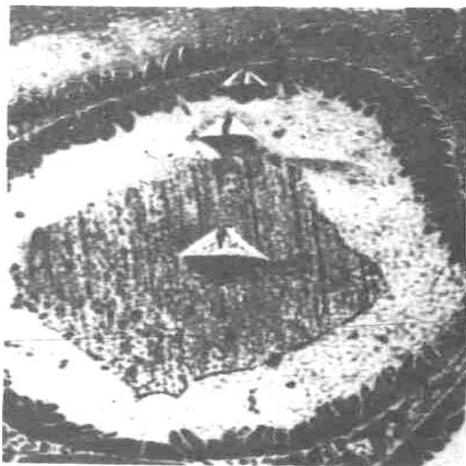


Рис. 17. Литая быстрорежущая сталь после закалки, видны отпечатки алмазной пирамиды, кратность увеличения – 500 раз

На рис. 17 показана микроструктура литой быстрорежущей стали после закалки. Сталь состоит из крупных зерен неоднородного строения, причем каждое зерно имеет три концентрических слоя (различия в микротвердости хорошо иллюстрируются размерами отпечатков):

- 1) сердцевина зерна имеет твердость 320-350 HV (35 HRC);
- 2) промежуточный слой 700-725 HV (58 HRC);
- 3) наружный слой 940-1000 HV (65-67 HRC).

Между различными методами измерения твердости существует корреляция, хотя и не очень точная. Зная значение твердости, полученное одним способом, по соответствующим таблицам можно

определить, какому числу твердости (и прочности) другого метода оно соответствует (табл. 5). При измерении микротвердости на приборе 402 MVD перевод значения микротвердости по Виккерсу автоматически, пересчитывается в значения твердости по Роквеллу и Бринеллю.

Таблица 5

**Сравнительная таблица значений твердости, полученных на различных приборах, и перевода в значения прочности**

Виккерс HV	Бринелль HB <sub>3000</sub>	Роквелл HRB	$\sigma_b$ , МПа	Виккерс HV	Бринелль HB <sub>3000</sub>	Роквелл HRC	$\sigma_b$ , МПа	Виккерс HV	Роквелл HRC
100	100	52,4	340	240	240	20,3	810	490	47,5
105	105	57,5	360	245	245	21,2	830	500	48,2
110	110	60,9	370	250	250	22,1	850	520	49,6
115	115	64,1	390	255	255	23,0	870	540	50,8
120	120	67,0	410	260	260	23,9	880	560	52,0
125	125	69,8	420	265	265	24,8	900	580	53,1
130	130	72,4	440	270	270	25,6	920	600	54,2
135	135	74,7	460	275	275	26,4	930	620	55,4
140	140	76,6	480	280	280	27,2	950	640	56,5
145	145	78,3	490	285	285	28,0	970	660	57,5
150	150	79,9	510	290	290	28,8	990	680	58,4
155	155	81,4	630	295	295	29,5	1000	700	59,3
160	160	82,8	540	300	300	30,2	1020	720	60,2
165	165	84,2	560	310	310	31,6	1050	740	61,1
170	170	85,6	580	320	319	33,0	1080	760	62,0
175	175	87,0	590	330	328	34,2	1110	780	62,8
180	180	88,3	610	340	336	35,3	1140	800	63,6
185	185	89,5	630	350	344	36,3	1170	820	64,3
190	190	90,6	650	360	352	37,2	1200	840	65,1
195	195	91,7	660	370	360	38,1	1220	860	65,8
200	200	92,8	680	380	368	38,9	1250	880	66,4
205	205	93,8	700	390	376	39,7	1280	900	67,0
210	210	94,8	710	400	384	40,5	1310		
215	215	95,7	730	410	392	41,3	1330		
220	220	96,6	750	420	400	42,1	1360		
225	225	97,5	760	430	408	42,9	1390		

230	230	98,4	780	440	416	43,7	1410		
-----	-----	------	-----	-----	-----	------	------	--	--

Окончание табл. 5

Виккерс HV	Бринелль HB <sub>3000</sub>	Роквелл HRB	$\sigma_b$ , МПа	Виккерс HV	Бринелль HB <sub>3000</sub>	Роквелл HRC	$\sigma_b$ , МПа	Виккерс HV	Роквелл HRC
235	235	99,2	800	450	425	44,5	1440		
240	240	100,0	810	460	434	45,3	1470		
				470	443	46,1	1510		
				480	452	46,8	1540		

Погрешность перевода чисел твердости по Виккерсу в единицы Бринелля составляет  $\pm HB20$ , в единицы Роквелла -  $\pm 3HRC$  (HRB), в значения  $\sigma_b \pm 10\%$ .

## 2. Оценка микромеханических свойств высокотвердых материалов методом микротвердости

Для исследования физико-механических свойств материалов, их поверхностных слоев и особенно, в том числе, тонких поверхностных, наиболее приемлем метод микротвердости. На основе литературных данных и проведенных собственных работ получено, что закономерности упругопластического деформирования и хрупкого разрушения оказались одинаковыми для широкого круга высокотвердых и хрупких материалов (инструментальные твердые сплавы, тугоплавкие соединения, абразивы и др.). Они описываются степенными функциями:

$$P = ad^n$$

$$P = bD^m,$$

где:  $P$  - нагрузка на индентор, Н;  $d$  - диагональ отпечатка, мкм;  $a$  - размерный коэффициент, характеризующий прочностные свойства испытуемого материала;  $n$  - безразмерный коэффициент, характеризующий интенсивность процессов упругопластического деформирования материала при вдавливании индентора;  $D$  - зона хрупкой поврежденности в районе отпечатка, мкм;  $b$  - размерный коэффициент, характеризующий хрупкие свойства материала;

$m$  - безразмерный коэффициент, характеризующий интенсивность процессов хрупкого разрушения.

Идентификация производится алмазной пирамидой Виккерса, нагрузка  $P$  лежит в пределах от 0,20 до 10,0 Н.

Поверхность объектов исследования готовится как металлографический шлиф.

Физико-механические свойства материалов - микротвердость, микрохрупкость и микропрочность (условная) могут быть определены замером микротвердости и металлографической оценки хрупкой поврежденности вокруг отпечатка.

$$\text{Микрохрупкость} = \frac{D^2 - d^2}{2d}.$$

Этот критерий характеризует соотношение площади, охваченной хрупким разрушением в районе отпечатка, и площади самого отпечатка; так как сам факт появления остаточного отпечатка является проявлением пластических свойств испытуемого материала, а зона повреждаемости в районе этого отпечатка исключительно хрупкого происхождения, то критерий характеризует соотношение хрупких и пластических свойств материала.

$$\text{Микропрочность} = 10 \frac{3P}{D^2}.$$

Этот критерий учитывает внешнее силовое воздействие на материал, размер зоны хрупкой повреждаемости в районе отпечатка и характеризует напряжение, необходимое для образования единицы площади хрупкого разрушения испытуемого материала. Условность критерия связана с тем, что образование трещин в районе отпечатка индентора идет в условиях сложноподвижного состояния, далекого от одноосного, при котором принято определять прочность.

Измерение величины зоны пластической деформации материала, располагающейся вокруг отпечатков при замере микротвердости, позволяет оценить предел текучести и др. механические характеристики материала. Топография зоны пластической деформации вокруг отпечатков с достаточной степенью точности и в наглядной форме может быть изучена интерференционным методом, что может быть выполнено с помощью интерферометра системы Линника. Подобное исследование может

быть также проведено и с помощью светового металлографического микроскопа, имеющего модуль для получения интерференционного контраста (рис. 18).

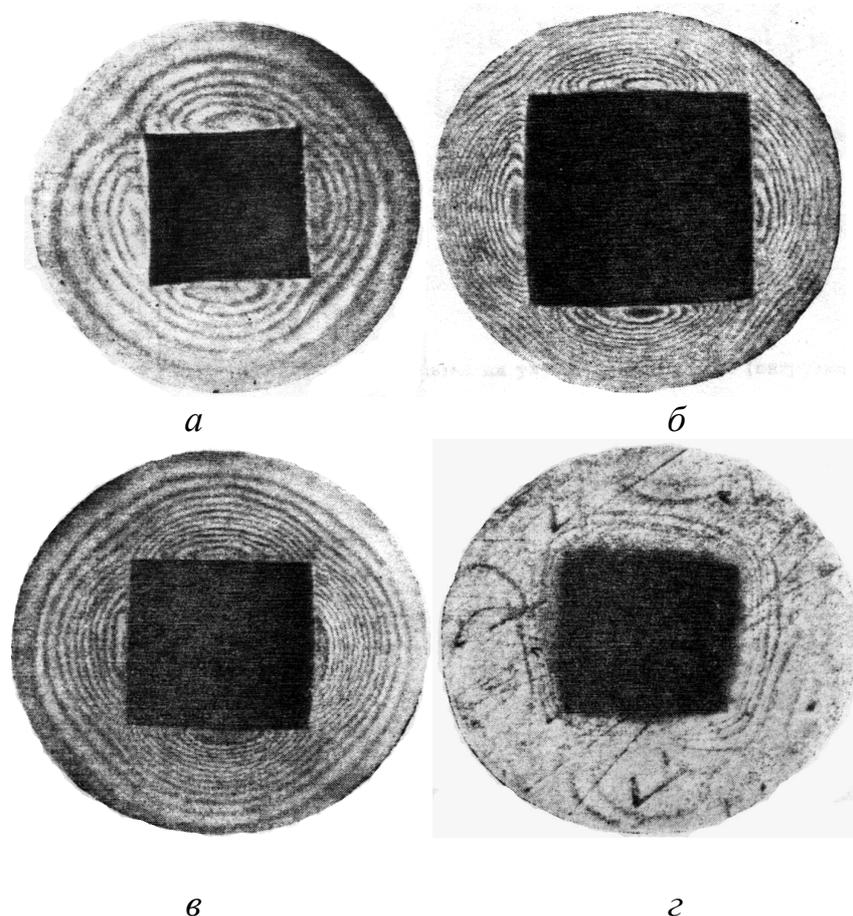


Рис. 18. Деформированная зона вокруг отпечатков микротвердости при получении интерференционного изображения:  
*а* - на закаленной стали ШХ-15 ( $HV = 8260$  МПа);  
*б* - на закаленной и отпущенной при  $700^{\circ}\text{C}$  стали ШХ-15;  
*в* - улучшенная сталь 40 ( $HV = 3600$  МПа);  
*г* - отожженная медь ( $HV = 360$  МПа).

### 3. Точность определения микротвердости и тарировка прибора

При определении микротвердости могут возникать погрешности, связанные:

- 1) с состоянием алмазной пирамиды;
- 2) неточностью в величине приложенной нагрузки;

3) нестрогой перпендикулярностью плоскости шлифа к оси индентора;

4) дефектами освещения;

5) ошибками измерения диагонали отпечатка.

Дефекты алмазной пирамиды (скол вершины, негладкость граней, выкрашивание ребер и т. д.) приводят к получению неправильных результатов испытания.

Фактическая нагрузка, с которой алмазная пирамида вдавлируется в испытуемый металл, может быть несколько больше или меньше номинальной. Это, естественно, обуславливает погрешности при определении числа твердости.

Уменьшение фактической нагрузки по сравнению с номинально принятой может быть связано с потерями на трение в механизме нагружения.

Увеличение фактической нагрузки на алмазную пирамиду может вызываться слишком быстрым опусканием нагружающего механизма.

Если плоскость шлифа не перпендикулярна оси перемещения индентора, то отпечаток получается в виде неправильного квадрата (искажение формы отпечатка в некоторых случаях определяется анизотропией или местной неоднородностью испытуемого металла). Во избежание этой погрешности необходимо тщательно устанавливать шлиф на установочную пластину и аккуратно впрессовывать в пластилин ручным прессиком.

Разные условия освещения приводят к ошибкам из-за того, что по краям отпечатка у многих металлов и материалов при испытании образуется выступ (валик) из-за возникновения деформированной зоны вокруг отпечатков (рис. 18) и видимые размеры контура изменяются с изменением направления освещения.

Для исключения погрешностей при замерах микротвердости в результате образования деформированной зоны вокруг отпечатков ГОСТом определены расстояния между отпечатками и от краев образца (рис. 19).

Суммарная погрешность при измерениях на приборе ПМТ-3 при увеличении около 400 крат достигает  $\pm 0,17$  мкм (средняя квадратичная погрешность).

Относительно большая погрешность, очевидно, наблюдается при отпечатках малого размера и меньшая - при отпечатках

большого размера. При обычных испытаниях на микротвердость рекомендуется, чтобы длина диагонали составляла не менее 5 мкм.

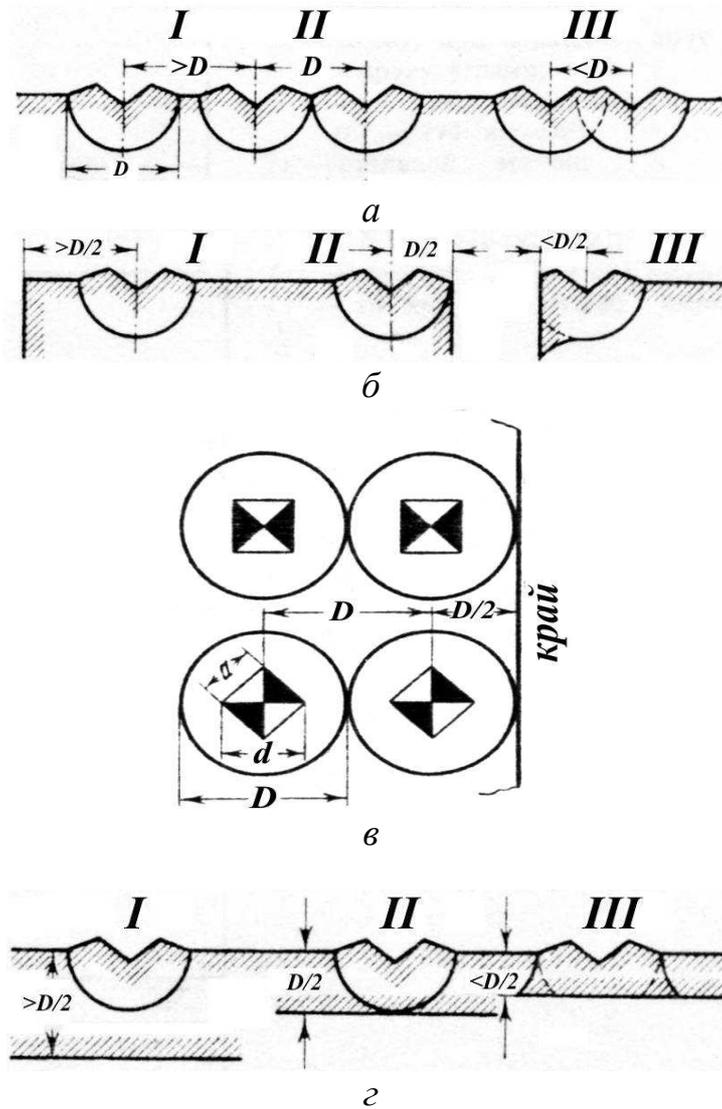


Рис. 19. Схема размещения отпечатков микротвердости с обозначением деформированной зоны диаметром  $D$ :

$a$  - относительно друг друга;  $b$ ,  $c$  - относительно края образца;

$z$  - относительно нижней поверхности тонкого образца или покрытия

На рис. 1 приложения приведен пример нанесения отпечатков при замере микротвердости лезвия инструмента с упрочняющим покрытием VN: в поверхностном слое лезвия под упрочняющим покрытием (1), на поверхности самого покрытия (2), на рис. 2

показана микроструктура этого образца с отпечатками микротвердости.

Для уменьшения погрешностей, вызванных указанными выше причинами, рекомендуется измерять длину диагонали одного и того же отпечатка несколько раз и вычислять среднее арифметическое значение (для отпечатков с длиной диагонали больше 10 мкм - три измерения, для отпечатков меньше 10 мкм - шесть измерений).

Для увеличения точности работы при измерениях микротвердости пользуются эталонными образцами с заранее известной твердостью. Для этой цели применяют бруски из монокристаллов каменной соли, обладающие, как показали измерения, хорошей однородностью. Микротвердость каменной соли, по данным этих исследований, не зависит от состояния поверхности (влажность, выветривание и т. д.). По свежесколотой поверхности микротвердость каменной соли составляет  $182 \text{ Мн/м}^2$  ( $18,7 \text{ кг/мм}^2$ ).

Отожженный алюминий рекомендуется как эталон при работе с материалами, имеющими невысокую твердость. Твердость самого алюминия в отожженном состоянии составляет около  $200 \text{ Мн/м}^2$  ( $20 \text{ кг/мм}^2$ ). Отожженный никель можно использовать как эталон при работе с материалами средней твердости. В отожженном состоянии твердость никеля составляет около  $1000 \text{ Мн/м}^2$  ( $100 \text{ кг/мм}^2$ ). При изготовлении никелевого эталона необходимо применять электролитическую полировку, алюминиевого эталона - отливку на полированную поверхность. Твердость алюминия и никеля зависит от нагрузки.

Рекомендуются также прокатанные алюминий и никель (60%-ное обжатие). Твердость прокатанного алюминия равна около  $400 \text{ Мн/м}^2$  ( $40 \text{ кг/мм}^2$ ), прокатанного никеля - около  $2000 \text{ Мн/м}^2$  ( $200 \text{ кг/мм}^2$ ). Микротвердость этих металлов в прокатанном состоянии не зависит от нагрузки.

Можно использовать также химические соединения  $\text{CuAl}_2$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  и  $\text{Al}_8\text{Mg}_5$ . Наилучшим эталонным материалом, по рекомендации исследователей, является соединение  $\text{CuAl}_2$ . Его легко получить, а кроме того, оно не очень хрупко, не упрочняется при изготовлении шлифа, имеет постоянную твердость, не меняющуюся при изменении нагрузки. Микротвердость равна около  $5000 \text{ Мн/м}^2$  ( $500 \text{ кг/мм}^2$ ).

При подборе эталонов микротвердости необходимо руководствоваться следующим:

1) твердость эталона должна быть примерно такой же, как и твердость испытываемых материалов;

2) твердость не должна зависеть от продолжительности испытания, применяемой нагрузки и места на поверхности эталона;

3) новый эталон с такой же твердостью должен быть легко воспроизводим.

#### **4. Влияние некоторых факторов на результаты определения микротвердости**

Воспроизводимость значений микротвердости, характеризующих свойства исследуемых материалов, зависит от ряда факторов.

На величине микротвердости заметно сказывается состояние поверхности испытываемого образца. Поверхностные слои металла и сплава заметно упрочняются при механической подготовке микрошлифа.

Глубина проникновения индентора, связанная с величиной действующей нагрузки, также заметно влияет на результаты микротвердости. При небольшой глубине проникновения индентора микротвердость оказывается заниженной. По мере углубления индентора (при увеличении нагрузки) микротвердость возрастает, достигает максимального значения и затем снова несколько снижается.

Низкие значения микротвердости поверхностных слоев металла объясняются особым состоянием этих слоев и частично их разрыхлением (разрыхление поверхностных слоев может наблюдаться при кристаллизации, поверхностном окислении, деформировании и рекристаллизации).

Для получения сравнимых результатов испытания микротвердости необходимо придерживаться единой методики подготовки микрошлифов и применять оптимальную нагрузку, заранее выбранную для данного состояния исследуемых образцов.

Состояние поверхности образца более значительно сказывается на величине микротвердости при малых нагрузках. При

нагрузках 50-100 г микротвердость меньше зависит от способа изготовления образца.

Необходимо в каждом отдельном случае выбирать нагрузку при испытании микротвердости: с предварительным построением кривой нагрузка - микротвердость, чтобы выявить условия воспроизводимости результатов; не допускать заметного разогрева образцов при изготовлении микрошлифов, а также глубокого травления, так как это приводит к сильному разрыхлению поверхностных слоев испытываемых металлов, и производить испытания на свежеприготовленных образцах.

Микротвердость возрастает при шлифовке и полировке. В табл. 6 приведены результаты примерной глубины упрочнения различных металлов и сплавов в зависимости от способа обработки поверхности.

Таблица 6

Глубина упрочнения различных металлов и сплавов в зависимости от способа обработки поверхности

Метод обработки поверхности	Глубина упрочненного слоя, мкм			
	медь	алюминий	латунь	закаленная инструментальная сталь
Шлифовка:				
грубая	125	25	25	5
чистовая	50	12,5	12,5	2,5
металлографическая с помощью наждачной бумаги	38	5	5	1,2
Полировка восковым шлифовальным кругом	25	2,5	2,5	Нет

Электрополирование и механическое полирование приводит к удалению деформированного слоя и снижению микротвердости тем в большей степени, чем больше снятый слой.

Значительное влияние на величину микротвердости оказывают размер зерна и местоположение отпечатка в пределах зерна (центр, полурадиус, у границы), толщина и другие факторы.

Следует отметить, что при установлении микротвердости тонких структурных составляющих небольшого размера в значительной степени уменьшается точность определения.

### **Порядок выполнения работы**

Ознакомиться с методами определения микротвердости.

Изучить устройство и принцип действия приборов для измерения микротвердости.

Рассмотреть влияние некоторых факторов на результаты определения микротвердости.

Выяснить, как тарируется прибор.

Понять, какие погрешности могут возникать при определении микротвердости и как они могут быть устранены или сведены к минимуму.

Ознакомиться с эталонами для замера микротвердости. Уяснить области их применения.

Измерить микротвердость предложенных образцов из различных материалов.

Составить отчет по работе.

### **Содержание отчета**

При составлении отчета необходимо четко указать задачи метода определения микротвердости, привести рисунок устройства и описать принцип действия прибора для измерения микротвердости, методику измерения микротвердости на микрошлифе, записать изображение микрошлифа с отпечатками, распечатать записанное изображение, привести таблицу замеров с указанием нагрузки. Описать полученные результаты определения микротвердости.

### **Контрольные вопросы**

1. Микротвердость: характеристика, назначение, области применения.

2. Устройство и принцип действия микротвердомера ПМТ–3 для измерения микротвердости.

3. Устройство и принцип действия микротвердомера 402 MVD для измерения микротвердости.

4. Микротвердость: сравнение с макротвердостью (НВ, НРА, HRB, HRC).

5. Микротвердость: инденторы, нагрузки, пределы измерения.

6. Микротвердость: индентор Виккерса (материал, геометрия, расчетная формула), назначение.

7. Микротвердость: индентор Кнупа (материал, геометрия, расчетная формула), назначение.

8. Микротвердость: правила подготовки образца к замеру микротвердости.

9. Микротвердость: правила проведения замеров микротвердости.

10. Как тарируется прибор? Какие используются эталоны?

11. Назовите факторы, влияющие на результаты определения микротвердости.

12. Микротвердость: правила нанесения отпечатков.

13. Микротвердость: измерение тонких слоев и покрытий, глубина отпечатка.

14. Какие погрешности могут возникать при определении микротвердости и как они могут быть устранены или сведены к минимуму?

15. Что такое деформированный поверхностный слой на поверхности микрошлифа? Как он устраняется?

16. Что такое деформированный слой вокруг отпечатка микротвердости? Как устраняется влияние этого слоя на результаты измерения?

## ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1

### Микротвердость некоторых фаз и структурных составляющих сплавов Fe - C

Наименование фазы или структурной составляющей	Марка стали	Микротвердость	
		Мн/м <sup>2</sup>	кг/мм <sup>2</sup>
1	2	3	4
Феррит	08	1 226	125
	20	2 354-2 698	240-275
	30	2 698-3 089	275-315
	45	2 501	255
Сорбит (феррит с зернистыми)	20ХН	2 698-3 197	275-325
	ШХ15	2 108-2 795	215-285

карбидами)	X12	2 893-3 334	295-340
	X12M	2 698-3 040	275-310
	ЭИ229	2 942-3 060	300-312
Пластинчатый перлит	20	2 698-3 138	275-320
	30	3 197-3 383	325-345
	У7	2 698-3 236	275-330
	Чугун	2 942-3 579	300-365
Карбидная фаза	Чугун	10 738-11 278	1 095-1 150
	X12M	11 336-12 258	1 156-1 250
	X12	11 336-13 435	1 156-1 370
	PK18	12 759	1 300

**Окончание табл. 1**

1	2	3	4
Аустенит	Типа 18-8	1 716	175
	X12M	5 099	520
	Чугун	4 168-4 854	425-495
Ледебуритная эвтектика	X12	7 355-8 336	750-850
	Чугун	9 807-11 032	1 000-1 125
Троостит	-	5 590	570
Бейнит	-	4 707	480
Стедит	-	2 942-7 600	300-775
Графит	-	20-107	2-11

Таблица 2

**Микротвердость мартенсита**

Сплав	Максимальная микротвердость мартенсита		Микротвердость мартенсита (закалка с температуры $A_{c1}$ )		Микротвердость мартенсита (закалка с температуры плавления)	
	Мн/мм <sup>2</sup>	кг/мм <sup>2</sup>	Мн/мм <sup>2</sup>	кг/мм <sup>2</sup>	Мн/мм <sup>2</sup>	кг/мм <sup>2</sup>
20	10 297,0	1 050	7 109,8	725	4 167,8	425
30	9 169,2	935	7 109,8	725	5 982,0	610
У7	9 904,7	1 010	6 962,7	710	8 924,0	910
20ХН	6 227,2	635	5 050,4	515	4 413,0	450
ШХ15	10 198,9	1 040	5 785,9	590	7 845,3	800
X12M	8 727,9	890	3 922,7	400	5 001,4	510
ЭИ229	8 070,5-9 463,4	825-965	4 363,9	445	3 432,3	350
Чугун	10 444,0	1 065	6 619,5-7 845,3	675-800	6 276,2	640

Таблица 3

**Микротвердость некоторых карбидов, боридов, силицидов  
(по данным Мотта, Ковальского и др.)**

Фаза	Состав	Нагрузка, г	Микротвердость	
			Мн/мм <sup>2</sup>	кг/мм <sup>2</sup>
1	2	3	4	5
Карбид бора	BC		36 285	3 700
Карбид ванадия	VC	50	23 536-27 490	2 400-2 800
		100	20 437-24 615	2 084-2 510
Карбид гафния	-	50	28 567	2 913
Карбид кремния	SiC	25	17 652-34 323	1 800-3 500

Окончание табл. 3

1	2	3	4	5
Карбид молибдена	Mo <sub>2</sub> C	-	14 416-19 613	1 470-2 000
	Mo <sub>3</sub> C	50	14 710	1 500
Карбид ниобия	NbC	50	20 153-23 536	2 055-2 400
Карбид тантала	TaC	50	15 171-17 652	1 547-1 800
Карбид титана	TiC	100	27 949-33 245	2 850-3 390
Карбид хрома	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	25	9 807-13 729	1 000-1 400
		50	12 749	1 300
Карбид циркония	ZrC	100	27 812-34 127	2 836-3 480
		50	25 497	2 600
Карбид вольфрама	WC	100	15 544-16 956	1 585-1 730
		50	23 536	2 400
	W <sub>2</sub> C	50	29 420-33 343	3 000-3 400
Карбид молибдена - вольфрама	-	100	20 202-20 918	2 060-2 133
Карбид тантала - вольфрама	-	100	18 005-18 103	1 836-1 846
Карбид титана - вольфрама	-	-	12 209-28 493	1 245-2 900
Карбид хрома - вольфрама	-	-	14 710-23 536	1 500-2 400
Карбид вольфрама - циркония	-	100	26 478-26 802	2 700-2 733
Карбид железа - ванадия	-	25	17 770	1 812
Борид молибдена	MoB <sub>2</sub>	50	13 533	1 380
	Mo <sub>2</sub> B	100	16 279	1 660
	MoB	100	15 396	1 570
Борид титана	TiB <sub>2</sub>	50	33 343	3 400
Борид хрома	CrB <sub>2</sub>	50	17 652	1 800
Борид циркония	ZnB <sub>2</sub>	50	21 575	2 200
Силицид вольфрама	WSi <sub>2</sub>	100	10 689-16 004	1 090-1 632
	WSi <sub>0.7</sub>	100	7 551	770

Силицид молибдена	$\text{MoSi}_2$	100	12 651-13 827	1 290-1 410
	$\text{MoSi}_{0,65}$	100	11 474	1 170
	$\text{Mo}_3\text{Si}$	100	8 728-12 847	890-1 310
Силицид ниобия	$\text{NbSi}_2$	100	10 297	1 050
Силицид тантала	$\text{TaSi}_2$	100	15 298	1 560
Силицид титана	$\text{Ti}_5\text{Si}_3$	100	9 669	986
Силицид хрома	$\text{CrSi}_2$	100	11 278	1 150

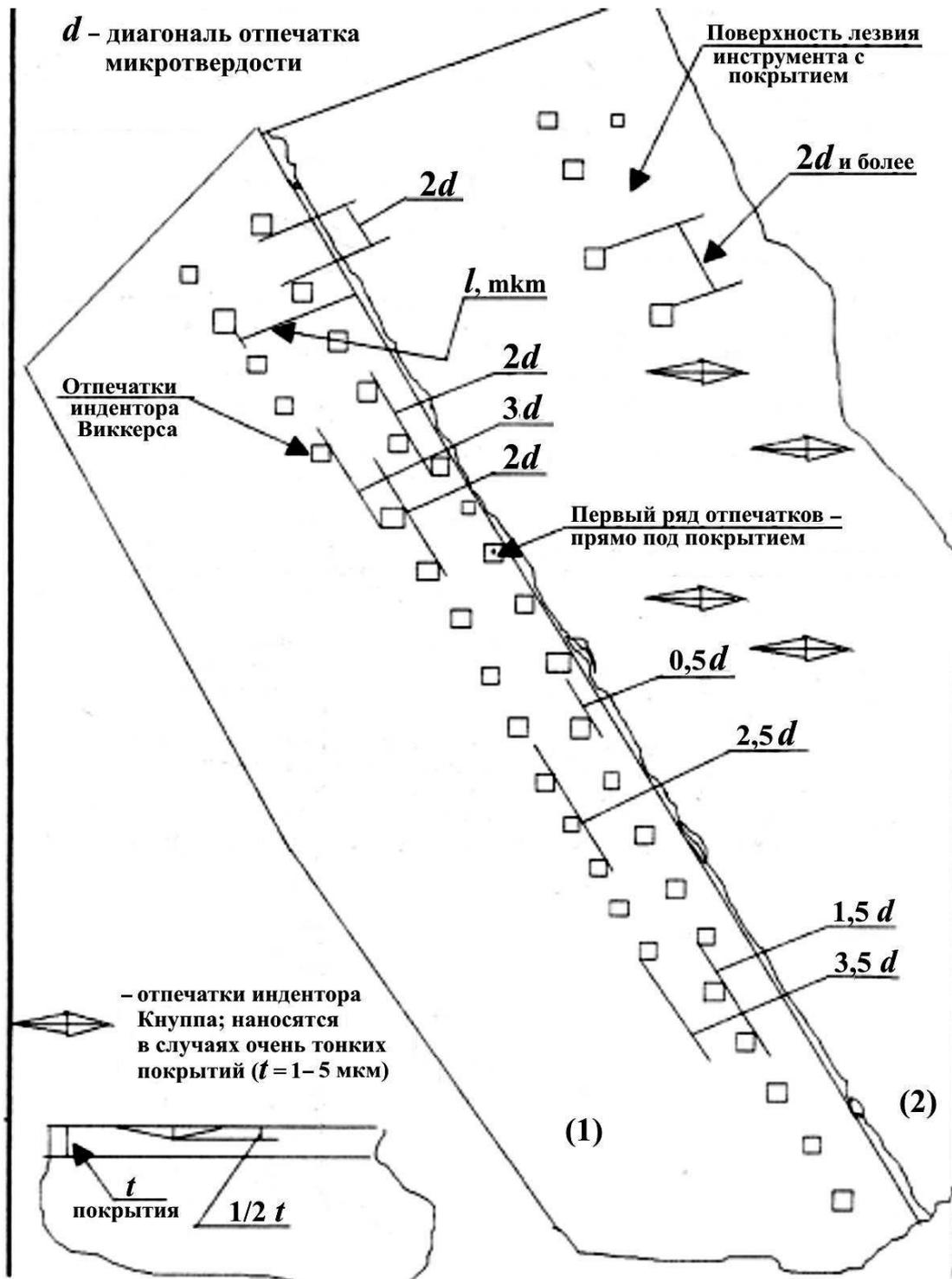


Рис. 1. Схема нанесения отпечатков при замере микротвердости лезвия инструмента с упрочняющим покрытием BN:

- (1) – в поверхностном слое лезвия под упрочняющим покрытием;  
 (2) – на поверхности самого покрытия



Рис. 2. Микроструктура образца с отпечатками микротвердости лезвия инструмента с упрочняющим покрытием BN (кратность увеличения – 1000 раз)

## Лабораторная работа № 4 МАКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

**Цель работы:** ознакомление с методикой проведения макроструктурного анализа; приобретение практических навыков изучения металлических поверхностей, изломов и макрошлифов.

**Оборудование и материалы:** шлифовально-полировальный станок, лупа, коллекция макрошлифов, изломов, сварных швов, реактивы для их травления; образцы для приготовления макрошлифов.

**Задания:** 1. Ознакомиться с методикой проведения макроструктурного анализа, а также со способами приготовления и травления макрошлифов. 2. Изучить коллекцию изломов, макрошлифов и сварных швов. 3. Изучить основные дефекты, наблюдаемые в металле. 4. Выяснить причины возникновения дефектов и меры по их предотвращению или устранению. 5. Подготовить отчет по работе.

### Общие сведения

**Макроструктурой** называют структуру или особенности строения металлов и сплавов, которые можно наблюдать либо невооруженным глазом, либо при небольших увеличениях (5-50 раз).

Макроскопическому исследованию могут быть подвергнуты различного рода объекты.

Основные из них:

- 1) поверхность неразрушенного изделия;
- 2) изломы;
- 3) макрошлифы нетравленные или с выявленной специальными реактивами структурой.

На поверхности могут быть обнаружены дефекты металлургического происхождения, иногда на поверхности слитка или полуфабриката выявляется его макростроение. Чаще поверхность осматривают для обнаружения и характеристики, образующихся при изготовлении или эксплуатации изделия трещин других несплошностей. Обнаружение и анализ трещин является предметом дефектоскопии.

Еще Д. К. Чернов использовал макроструктурный анализ для определения пузырей, пористости и ликвации в стальных слитках. По макроструктуре он судил также о результатах закалки стали.

Исследование макроструктуры стало широко распространенным методом заводского контроля.

В настоящее время макроструктурный анализ широко применяется при изучении процессов выплавки металлов и сплавов, обработки их давлением, исследовании разрушений деталей и конструкций.

Исследование поверхностей разрушений особенно важно как способ обнаружения дефектов с целью изучения и установления причин разрушения. Его возможности связаны с тем, что трещина выявляет наиболее слабые места конструкции, поскольку именно они определяют траекторию ее движения.

Наиболее опасным является хрупкое разрушение, которое влияло на жизнь людей с самых истоков человеческого существования. Доисторический человек использовал хрупкое разрушение для придания формы каменным орудиям труда; он ощущал на себе его менее благоприятные последствия в случае перелома конечностей. Добыча камня, придание ему формы, подгонка камней в строительных сооружениях, т.е. все существенные процессы древнего строительства, так же как и искусство ваяния, всецело зависят от умения управлять хрупким разрушением. И в наши дни многие процессы в промышленности и строительстве, например, обработка материалов, связаны на определенном этапе с хрупким разрушением.

Однако происхождение большинства исследований связано с менее благоприятными проявлениями хрупкого разрушения, главным образом с внезапным **катастрофическим выходом из строя конструкций** в результате неожиданного хрупкого разрушения их составных частей. История техники, начиная с середины девятнадцатого столетия и даже несколько более раннего времени, изобилует подобными примерами. Например, в течении второй половины девятнадцатого и первой четверти двадцатого столетий в США было зарегистрировано огромное количество случаев разрушений, связанных с мостовыми конструкциями, нефтепроводами, газгольдерами, водопроводными магистралями, водными резервуарами, оружием малого и большого калибров, рельсовыми путями и прочим железнодорожным оборудованием, а

также многими другими подобными конструкциями, находившимися под действием как активных, так и пассивных нагрузок.

Эти события вызвали ряд отдельных исследований, которые доставили некоторые эмпирические сведения о «кристаллизации», «грануляции» и «усталости».

В зависимости от реальных условий эксплуатации – качества материала деталей конструкций, наличия поверхностных и внутренних дефектов, характера действующих напряжений –  $\sigma_{\text{экспл}}$ , вибраций, рабочей температуры детали могут разрушаться при напряжениях значительно меньших, чем предел их прочности  $\sigma_{\text{в}}$  (табл. 7).

Таблица 7

**Характеристика прочности материалов с учетом реальных условий их эксплуатации**

Материал	Характеристика предельного состояния материала	$\sigma_{\text{экспл}}/\sigma_{\text{в}}$
Углеродистые стали	Предел прочности	1,0
	Предел текучести	0,5-0,9
	Предел выносливости на базе $10^7$ циклов гладких образцов	0,3-0,7
	С концентрацией напряжений	0,2-0,5
	При наличии мелких поверхностных трещин	0,1-0,3
	В условиях фреттинг-коррозии	0,2-0,4
Жаропрочные сплавы	Предел длительности прочности на базе 10 ч	0,3-0,7
	Сопротивление термической усталости на базе $10^4$ циклов	0,3-0,5

**1. Макроструктурный анализ**

Исследование строения металлов и сплавов невооруженным глазом или при небольших увеличениях (до 50 раз) с помощью лупы или стереомикроскопа называется макроструктурным анализом (макроанализом), а определяемое им строение - макроструктурой.

Макроанализом устанавливают общее строение, поверхностные и внутренние дефекты металла после различных видов обработки (литья, давления, сварки, термической и химико-термической), а также разрушений, в том числе:

а) нарушения сплошности (подсадочную рыхлость, центральную пористость, свищи, подкорковые пузыри; трещины, возникшие при кристаллизации и обработке давлением, шлифованием или термообработке; флокены; дефекты сварки);

б) дендритное строение (зону транскристаллизации, размеры и ориентацию зерен), химическую неоднородность (ликвацию и грубые инородные включения в литом металле);

в) волокнистую структуру деформированного металла;

г) прокаливаемость, структурную и химическую неоднородность после термической, термомеханической и химико-термической обработки;

д) вид излома: вязкий, хрупкий, шиферный, нафталинистый, камневидный, черный, смешанный, усталостный.

Макроанализ сравнительно прост, широко используется на практике и состоит в осмотре внешних поверхностей изделий, изломов и макрошлифов и их изучении с помощью лупы или стереомикроскопа.

### 1.1. Исследование металлических поверхностей

Внешним осмотром поверхности слитков, проката, поковок и деталей можно обнаружить трещины, отслаивания (плены), газовую шероховатость, утяжины и другие поверхностные дефекты и повреждения.

**Горячие кристаллизационные трещины** – разрывы или надрывы тела отливки усадочного происхождения, широкие на поверхности и сужающиеся вглубь – проходят по границам кристаллов и имеют извилистую окисленную поверхность, на которой иногда видны дендриты. Возникают горячие трещины в интервале температур затвердевания (кристаллизации) вследствие растягивающих напряжений, превышающих прочность наружных слоев отливки.

**Трещины напряжения** – дефект в виде направленных вглубь металла, часто под прямым углом к поверхности, трещин, образовавшихся вследствие объемных изменений, обусловленных структурными превращениями или нагревом и охлаждением (рис. 20).



*а* *б*

Рис. 20. Схема трещин напряжения на прутках стали:  
*а* – единичная трещина;  
*б* – прерывистая продольная трещина.

Образуются как в слитках, так и в деформированном металле при его переделах, но наиболее часто - в процессе термообработки.

**Шлифовочные трещины** представляют собой сетку паутинообразных или отдельных произвольно направленных поверхностных разрывов небольшой глубины, которые образуются при шлифовании или резке абразивными кругами металла, обладающего высокой твердостью и малой теплопроводностью (рис. 21).

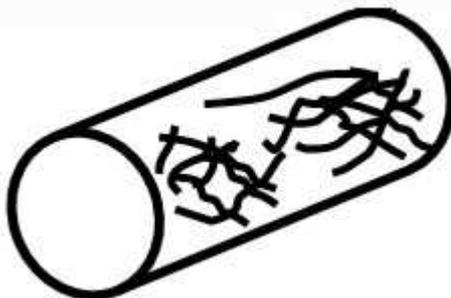


Рис. 21. Схема прутка стали с сеткой шлифовочных трещин

Причина возникновения – местный разогрев металла, приводящий к локальному увеличению объема и последующему его уменьшению при охлаждении.

**Трещины на стальных поковках и заготовках** могут явиться следствием загрязнения неметаллическими включениями (например, при высоком содержании серы), а также наличия литейных дефектов (плен, поверхностных повреждений) на их поверхностях. Повышенное содержание серы способствует трещинообразованию, так как снижает пластичность стали.

**Газовая шероховатость** – дефект в виде сферообразных углублений на поверхности отливки, возникающих из-за выделения избытка газов при кристаллизации и роста газовых раковин на поверхности раздела металл-форма.

**Поверхностные повреждения** – это искажения поверхности, появляющиеся при выбивке отливки из формы, очистке и транспортировании.

**Утяжина** представляет собой углубление с закругленными краями на поверхности отливки, образуемое вследствие усадки металла при затвердевании.

**Плена** – дефект в виде самостоятельного включения или окисного слоя на поверхности отливки, возникающего при недостаточно спокойной заливке. При горячей деформации плена вытягивается и имеет вид языкообразного отслоения или разрыва, называемого слиточной пленой.

**Рванины** представляют собой раскрытые разрывы, расположенные перпендикулярно или под углом к направлению наибольшей вытяжки металла; образуются при горячей деформации из-за пониженной пластичности металла (рис. 22). Деформация (раскатка, ковка) заготовок с рванинами приводит к возникновению на поверхности групповых дефектов, называемых прокатными пленами, - отслоений металла языкообразной формы, соединенных с основным металлом (рис. 23). Нижняя поверхность плены и металл под ней покрыты окалиной.



Рис. 22. Схема рванин на прутке стали.



Рис. 23. Схема прокатных плен на прутке.

## 1.2. Практика исследования изломов

Анализ поверхностей разрушения (фрактографические исследования) как метод исследования и способ обнаружения

дефектов применяется с целью изучения причин разрушения. Его возможности связаны с тем, что трещина выявляет наиболее слабые места конструкции, поскольку именно они определяют траекторию ее движения. Поэтому фрактографический метод обычно помогает исследователю установить причины разрушения.

Излом (поверхность, на которой произошло разрушение) наиболее четко отражает строение и свойства материала в тех локальных объемах, где протекал процесс разрушения. Следовательно, изучая излом, можно выявить качество металла и причины его пониженных свойств (например, неправильная термическая обработка, скопление неметаллических включений). В ряде случаев по излому можно сделать верное заключение о характере и причинах поломки или аварии.

Поверхности разрушения могут быть получены либо в результате испытаний, либо при эксплуатации деталей. Кроме того, для исследования состояния материала изломы специальным образом готовят. Для изучения изломов образцы, вырезанные в поперечном и продольном направлениях (по отношению к направлению течения металла при формоизменении), надрезают, а затем разрушают по месту надреза на прессе или копре. Разрушение образца следует производить с максимальной скоростью и большой сосредоточенной нагрузкой, т. е. в условиях, исключающих смятие поверхности излома и образование ложных расслоений (в поперечных изломах).

В зависимости от качества металла, условий эксплуатации детали или вида и режимов нагружения при испытаниях образцов изломы бывают вязкие, хрупкие, смешанные, усталостные.

**Вязкий (волоknистый) излом** имеет пепельно-серый цвет, сильно шероховатую матовую поверхность. Предшествующая разрушению деформация велика и происходит в значительном объеме, в связи с чем по таким изломам нельзя судить о форме и размерах зерна. Возникающие в эксплуатации аварийные изломы, как правило, не относятся к волоknистым. Это объясняется относительно медленным развитием вязкой трещины, поэтому ее обычно заблаговременно обнаруживают или деталь выходит из строя вследствие чрезмерной пластической деформации еще до полного разрушения.

Появление вязкого излома обычно означает, что материал до разрушения выдержал перегрузки, соизмеримые с пределом прочности. Вязкие изломы возникают либо вследствие резкого

нарушения нормальных условий работы конструкции, либо вследствие ошибки в расчете на прочность, неполного учета реальных условий эксплуатации или резко пониженных свойств материала (при сохранении пластичности).

**Хрупкий (кристаллический) излом** появляется от действия нормальных напряжений и характеризуется наличием на поверхности блестящих плоских фасеток, образовавшихся при разрушении путем отрыва. Хрупкое разрушение может иметь как внутризеренный, так и межзеренный характер.

При хрупком **внутризеренном (транскристаллическом) разрушении** образуются кристаллические фасетки, которые выглядят как очень гладкие блестящие участки, на которых (при увеличении оптического микроскопа) заметен определенный рисунок (рельеф). Как правило, это или складчатый рисунок в виде расходящихся лучей, или характерный ручьиный узор от сливающихся в единый «поток» отдельных микротрещин.

**Межзеренное разрушение** в общем случае является малопластичным. Наиболее очевидный его признак заключается в наличии рельефа, соответствующего огранке зерен. Оно наблюдается, как правило, лишь вследствие охрупчивания границ зерен частицами хрупкой фазы, примесями. Примером эксплуатационного хрупкого разрушения, прошедшего по границам зерен, может быть возникновение трещин по поврежденным границам зерен в литом сплаве. Пониженные прочность и главным образом пластичность являются следствием наличия в структуре крупных выделений зерен карбидной и карбонитридной фаз по границам, которые могут образоваться, например, из-за повышенной температуры металла при заливке формы.

Известно, что появление хрупкого разрушения является причиной многих аварий металлических конструкций, судов, мостов, сосудов высокого давления и трубопроводов.

Причина хрупких конструкционных разрушений так же, как и других видов разрушения, в большинстве случаев носит комплексный характер: часто это хрупкое состояние материала (исходное или возникшее при определенных условиях работы), наличие хрупких зерен или хрупкого слоя на поверхности, неблагоприятное конструктивное исполнение (наличие «жестких» концентраторов напряжений, пересечение сварных швов и т. п.), наличие внутренних остаточных напряжений. Имеют значение также условия

эксплуатации (низкие температуры, ударные нагрузки, наличие активных сред и т. п.).

Примером наличия внутри металла микроскопических по размерам хрупких зон являются флокены. **Флокены** – хрупкие, тонкие трещины, распространяющиеся, как правило, в одной плоскости, в изломе имеющие вид овальных или круглых пятен; встречающиеся чаще всего в легированной стали (хромоникелевой). Основной причиной образования флокенов является присутствие в стали водорода, растворенного в жидком металле. При затвердевании и охлаждении металла растворимость водорода резко уменьшается, выделившийся водород скапливается в отдельных объемах (например, в микропорах на стыках зерен и т. д.) и вызывает в металле возникновение очень тонких трещин.

Для хрупкого разрушения (рис. 24, 25, 26, *а*) типична острая, часто ветвящаяся трещина с большой скоростью распространения без пластической деформации при ее росте. Трещина движется за счет накопленной упругой энергии.

Для вязкого разрушения (рис. 24, 25, 26, *б*) характерны тупая, раскрывающаяся трещина с малой скоростью распространения и значительной пластической деформацией металла при ее продвижении, а также чашечное строение излома. Чашечный излом – результат пластической деформации, вызванной движением тупой трещины.

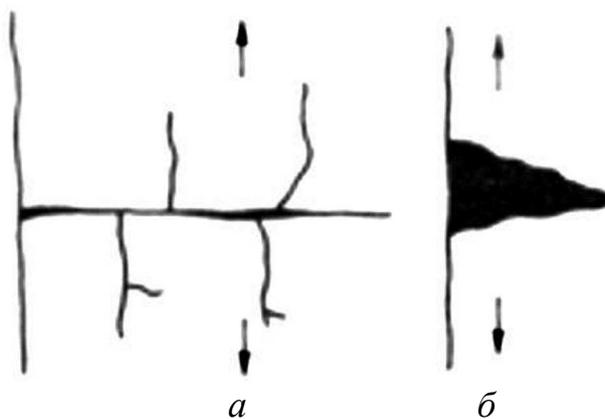


Рис. 24. Виды трещин:  
*а* - хрупкая; *б* – вязкая



*а**б*

Рис. 25. Схемы разрушений (сечение перпендикулярно поверхности излома):  
*а* – хрупкое разрушение; *б* – вязкое разрушение

В действительности в металлах не бывает ни чисто вязкого, ни чисто хрупкого разрушения. Поэтому когда говорят о вязком или хрупком разрушении металла, это значит, что явно превалирует один из описанных механизмов. Довольно часто встречаются случаи **смешанных разрушений**, где фрактографически (т. е. изучением поверхности изломов) можно определить долю того или другого вида.

**Усталостные изломы** (рис. 27, 28) имеют признаки, отличающие их от изломов другого рода.

Механизмы распространения усталостных трещин изучаются методами электронной фрактографии.

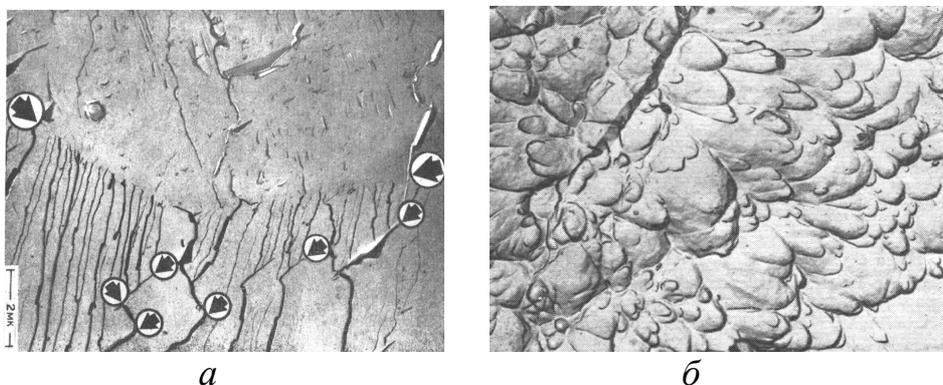


Рис. 26. Топограммы поверхности изломов при исследовании в просвечивающем электронном микроскопе:  
*а* – хрупкий излом; *б* – вязкий излом

Наиболее примечательной микромасштабной особенностью поверхностей усталостного разрушения являются **бороздки**. Хотя они и не всегда имеются на поверхностях усталостного разрушения, но обычно обнаруживаются в сталях, титановых и алюминиевых сплавах, меди, железе и многих других металлах на отдельных участках, на которых усталостное разрушение происходило наиболее интенсивно.

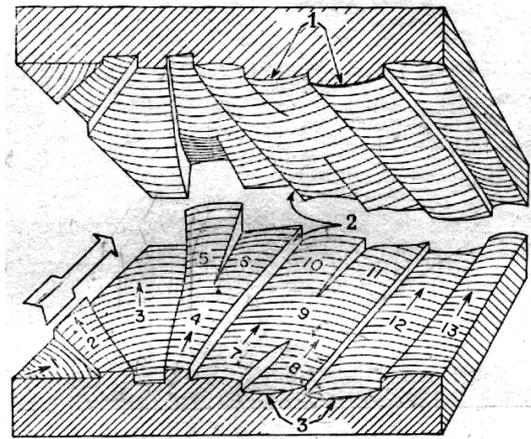


Рис. 27. Схема усталостного излома

Бороздки - это те криволинейные метки на поверхности усталостного разрушения, которые:

- 1) практически взаимно параллельны и расположены под прямым углом к локальному направлению распространения трещины;
- 2) отстоят друг от друга на расстоянии, изменяющемся с изменением амплитуды цикла;
- 3) по количеству равны числу циклов нагружения;
- 4) как правило, объединяются в группы, внутри которых все метки непрерывны и имеют приблизительно одинаковую длину.

Несколько таких групп, содержащих бороздки, схематически показано на рис. 27.

Локальные направления распространения трещин указаны на схеме стрелками, и можно заметить, что:

- 1) эти направления изменяются от одной группы бороздок к другой;
- 2) бороздки обращены выпуклостью в направлении распространения трещины;
- 3) группы бороздок разделены ступеньками, и некоторые из групп имеют выпуклую (группа 7) или вогнутую (группа 8) поверхности;
- 4) группы сливаются, образуя другую объединенную группу (группы 7 и 8 вливаются в группу 9);
- 5) группы также разделяются с образованием двух групп (группа 4 разделяется на группы 5 и 6).

Изучение поверхностей изломов породило свою терминологическую систему для описания их рельефов, которые образуются при различных условиях разрушения.

К последним относятся:

- величина и форма детали или образца;
- механические свойства металла;
- температура при разрушении;
- условия нагружения;
- среда нагружения.

Макроскопический вид поверхности излома часто используют для оценки степени вязкости металла. В соответствии с концепциями механики разрушения вязкость является тем механическим свойством, которое наиболее тесно связано с сопротивлением разрушению. Поверхность излома содержит остаточные признаки, которые указывают на протяженность распространения трещин. Все, что определяет величину вязкости, а именно: природа материала, из которого изготовлена деталь, ее величина и форма, температура, среда, способ нагружения, косвенно изменяет вид излома.

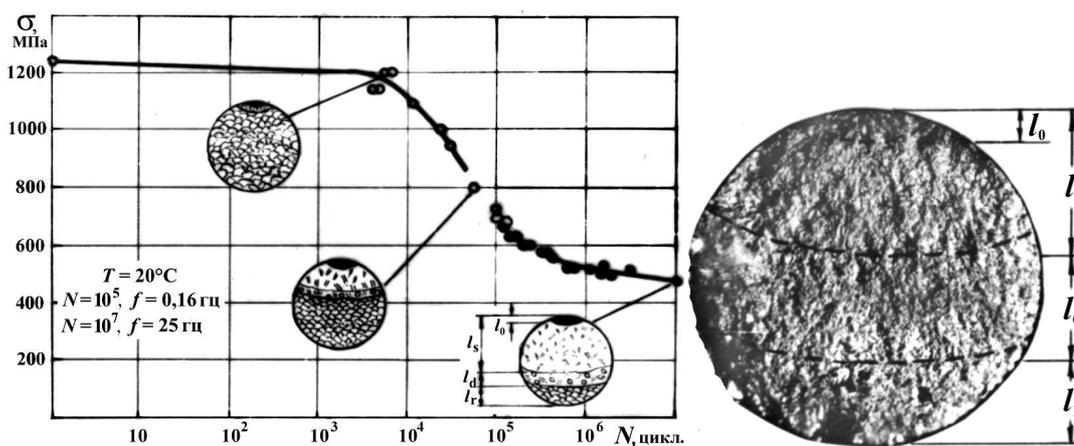


Рис. 28. Фрактография усталостного разрушения образцов жаропрочного никелевого сплава ЭИ-698, прошедшего испытания на усталость в условиях пульсирующего растяжения:

*a* – кривые малоциклового и части многоциклового усталости со схемами строения изломов на характерных участках разрушения;

*б* – макрофрактограмма (кратность увеличения – 10 раз) излома с обозначением зон развития трещины:

$l_0$  – зона микротрещин безопасной повреждаемости;  $l_s$  – зона медленного роста микротрещин;  $l_d$  – зона ускоренного роста микро- с переходом в макротрещину с образованием в направлении ее развития типичных усталостных бороздок и гребней;  $l_r$  – зона долома

Поэтому характерные особенности строения изломов каждого конкретного сплава не постоянны от излома к излому, а определенным образом изменяются в зависимости от изменения вязкости, обусловленной конкретной термической обработкой и конфигурацией образцов.

Для поверхности изломов образцов, испытанных на растяжение, характерны три зоны:

- 1) волокнистая зона;
- 2) радиальная зона;
- 3) зона среза.

Эти три зоны схематически показаны на рис. 29.

Изломы, имеющие только одну зону, образуются при условии лишь очень большой вязкости или хрупкости.

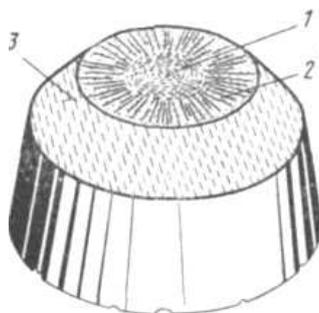


Рис. 29. Схематическое изображение зон типичного излома, образующегося при растяжении цилиндрического гладкого образца. Поверхности волокнистой и радиальной зон обычно перпендикулярны к оси растяжения. Поверхность зоны среза всегда находится под углом  $\sim 49^\circ$  к оси растяжения:

1 – волокнистая зона; 2 – радиальная зона; 3 – зона среза.



Рис. 30. Излом образца стали 4340 после испытания на растяжение при  $120^\circ\text{C}$ .

Состоит из волокнистой зоны и зоны среза. Структура стали – отпущенный мартенсит; твердость HRC 46. Излом начался в центре волокнистой зоны, которая

имеет четкую границу, очерчивающую эту зону по периферии. Внешнее кольцо – зона среза (кратность увеличения – 11 раз).

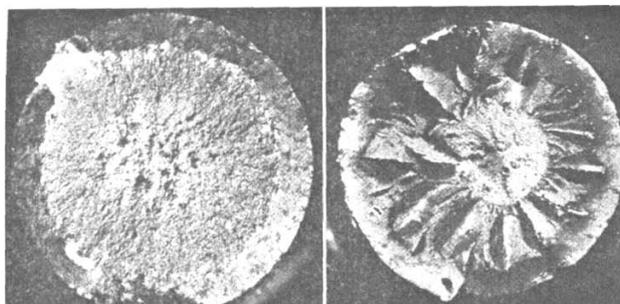
На большинстве поверхностей излома различаются две или все три зоны в одной из следующих последовательностей:

- 1) волокнистая зона и зона среза (рис. 30);
- 2) волокнистая и радиальная зоны и зона среза (рис. 31);
- 3) радиальная зона и зона среза (рис. 32).

**Волокнистая зона.** Эта зона отвечает области медленного роста трещины. Она расположена в центре излома и окружает очаг разрушения, который обычно находится на оси растяжения или рядом с ней. Эта зона состоит из области случайно расположенных волокон (рис. 31, *а*) или из серий тонких круговых борозд (рис. 30 и 31, *б*).

Очаг излома расположен в центре волокнистой зоны. Обычно различить его можно по несплошности – часто по включению или скоплению включений. Изредка их можно видеть при малом увеличении (кратность увеличения – около 5 раз) в вершине конуса.

Борозды расположены перпендикулярно к направлению распространения трещины – от очага к периферии образца. Область случайно расположенных волокон типична для железа промышленной чистоты и обычных углеродистых сталей. Круговые борозды наиболее часто наблюдаются в изломах низколегированных сталей, титановых сплавов и других металлов промышленной чистоты. Эти признаки присущи стабильным субкритическим трещинам, распространение которых требует затраты относительно высокой энергии. Фрактографическое исследование стали 4340 показало, что при различных уровнях прочности и температурах испытаний распространение трещины в волокнистой зоне происходит в результате слияния микропор (при разрушении перемычек между ними). Это можно видеть только при очень больших увеличениях, получаемых с помощью оптического микроскопа.



*а*

*б*

Рис. 31. Поверхность изломов двух образцов из стали 4340 с различной структурой после испытания на растяжение. На обоих изломах имеются волокнистая и радиальная зоны, а также зона среза (кратность увеличения – 13 раз):

*а* – сталь имела перлитную структуру, твердость HRC 15, предел текучести 483 МПа; центральная зона – волокнистая без какой-либо преимущественной ориентировки; в зоне, окружающей центральную и ограниченную снаружи зоной среза, имеются радиальные рубцы;

*б* – сталь имела структуру, соответствующую закалке и высокому отпуску на твердость HRC 28; внутренняя волокнистая зона очерчена четкой округлой границей; промежуточная зона имеет грубые радиальные рубцы; внешнее кольцо – зона среза

**Радиальная зона.** При переходе трещины от медленного роста к быстрому или нестабильному ее распространению образуются радиальные рубцы, которые совпадают с общим направлением распространения трещины. Эти расходящиеся рубцы начинаются либо от периферии волокнистой зоны (рис. 31), либо при отсутствии этой зоны (т. е. при непосредственном нестабильном распространении трещины) – от самого очага излома (рис. 32). Точкой, в которой сходятся радиальные рубцы, является очаг излома. Эти рубцы могут быть тонкими или грубыми в зависимости от микроструктуры материала или температуры испытания. В высокопрочных сталях со структурой отпущенного мартенсита радиальные рубцы на поверхностях излома тонкие. Наоборот, изломы сталей средней прочности с мартенситными структурами имеют грубые радиальные рубцы, когда эти стали разрушены при комнатной или близкой к ней температуре. При снижении температуры испытания радиальные рубцы на поверхности излома тех же сталей резко изменяются: они становятся тонкими.

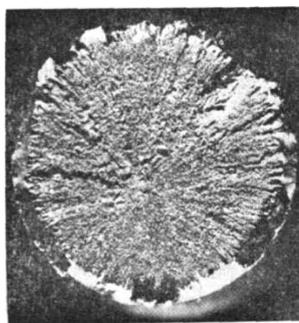


Рис. 32. Излом гладкого образца стали 4340 после испытания на растяжение при температуре 196°С. Состоит из радиальной зоны и зоны среза. Структура стали – отпущенный мартенсит. Твердость HRC 35. Волокнистая зона отсутствует. Радиальные рубцы занимают почти всю площадь излома, за исключением узкой зоны среза (кратность увеличения – 12 раз)

Грубые радиальные рубцы на изломах сталей (наблюдаемые в относительно узком температурном интервале) являются элементами сдвига, иногда называются радиальным сдвигом. Вдоль борозд или гребней этих радиально сдвинутых элементов можно наблюдать продольные расщепления. Эти расщепления могут быть вызваны высокими нормальными растягивающими напряжениями в результате разделения радиальных поверхностей вдоль плоскости максимального сдвига.

Тонкие радиальные рубцы не свидетельствуют о сдвиговом механизме разрушения. Считается, что тонкие радиальные рубцы на поверхностях излома стали 4340 указывают, главным образом, на наличие квазискола или межзеренного излома, или того и другого одновременно.

Обычно радиальные рубцы на изломах разрывных образцов прямолинейны. Если волокнистая зона мала или отсутствует и если очаг излома находится на значительном расстоянии от оси растяжения, то радиальные рубцы перестают быть прямолинейными и искривляются по направлению к свободной поверхности или к зоне среза (рис. 33).

Так как линии на поверхности излома связаны с деформацией и распространением трещины, их внешний вид существенно зависит от вязкости металла. Внешние условия, которые влияют на вязкость (например, температура), оказывают воздействие также и на объем вовлеченного в деформацию металла. Когда этот объем уменьшается, радиальные рубцы становятся менее рельефными. Для очень хрупкого металла величина деформации весьма мала, и трещина проходит по плоскостям скола в направлениях, определяемых структурой каждого отдельного зерна. В этих случаях трещина распространяется путем скола или межзеренного разрушения либо по обоим этим механизмам.

Если металл имеет достаточно крупнозернистое строение, то отдельные детали рельефа излома могут быть идентифицированы макроскопически. Если металл имеет мелкозернистое строение, то

детали, необходимые для идентификации рельефа, можно наблюдать только при больших увеличениях.

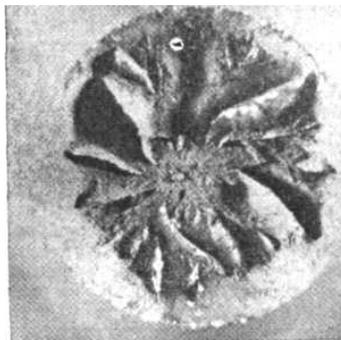


Рис. 33. Поверхность излома разрывного образца стали 4340 с искривленными радиальными сдвиговыми рубцами. Испытание на растяжение при комнатной температуре. Структура стали – отпущенный мартенсит. Твердость HRC 28. (кратность увеличения – 14 раз)

В ряде случаев радиальная зона может составлять полную поверхность излома без макроскопических деталей. Такой внешний вид излома указывает на чрезвычайную хрупкость материала и в зависимости от микроструктуры, содержания углерода и величины зерна может возникать при очень низких температурах у некоторых низколегированных сталей, при несколько более высоких температурах - у простых углеродистых сталей и при комнатной температуре - у некоторых жаропрочных сплавов.

**Зона среза.** Следующая зона, образующаяся при разрушении, - зона среза. Она состоит из ровного кольцеобразного участка, смежного со свободной поверхностью образца. В общем, величина зоны среза зависит от напряженного состояния и свойств металла. Возможны четыре типа образования зон среза, три из которых переходные, а именно:

- 1) зона среза;
- 2) волокнистая зона, переходящая в зону среза;
- 3) волокнистая зона, переходящая в радиальную зону, которая в свою очередь переходит в зону среза;
- 4) радиальная зона, переходящая в зону среза.

Каждый из этих типов может быть получен при использовании образца определенного диаметра, имея в виду, что при изменении диаметра образца изменяется напряженное состояние. При этом ширина зоны среза обычно не изменяется, но сильно меняется ее доля

по отношению к общей площади излома (в процентах). Внешние условия при разрушении влияют таким образом, что с уменьшением вязкости снижается доля зоны среза в изломе любого из трех переходных типов, описанных выше.

Отсутствие зоны среза при испытании гладких образцов возможно только в ограниченном числе случаев перехода в зону среза от радиальной зоны и только когда металл находится в чрезвычайно хрупком состоянии.

### 1.3. Изучение макрошлифов

**Макрошлиф** - специальный образец, вырезанный в определенном месте детали (заготовки), имеющий плоскую шлифованную поверхность, протравленную специальным реактивом. Составы металлографических реактивов и технологию травления определяют в зависимости от исследуемого материала, его обработки и цели исследования по справочной литературе.

На макрошлифах изучают макроструктуру металла и выявляют его внутренние дефекты, в том числе неоднородность по составу, плотность, чистоту и особенности внутреннего строения. При этом определяют такие основные дефекты, как усадочные раковины, пузыри (свищи), пористость, ликвацию, волосовины, неметаллические включения.

**Усадочная раковина** - полость, не заполненная металлом, образовавшаяся вследствие уменьшения объема жидкого металла при затвердевании (уменьшения коэффициента линейного расширения).

Различают открытую, закрытую и вторичную усадочные раковины. По контуру полость раковины оснащена ликватами (серой, фосфором) и неметаллическими включениями. Форма и расположение усадочной раковины в слитке зависят от способа разлива стали (сверху или сифоном), температуры разлива, формы изложницы и т. д. Получить стальной слиток без усадочной раковины практически невозможно, поэтому при борьбе с этим пороком стремятся объем раковины уменьшить, а форму ее сделать наименее вредной для слитка (рис. 34).

Наименее вредная усадочная раковина получается в изложнице, расширяющейся кверху – (рис. 34, а), а наиболее вредная, распространяющаяся на большую глубину, - в расширяющейся книзу - (рис. 34, б). Чтобы получить качественный слиток с усадочной

раковиной в самой верхней части, обычно изложницу делают расширяющейся кверху - III и на верхнюю часть ее устанавливают прибыльную надставку (металлический кожух, выложенный внутри огнеупором), жидкий металл в которой долго не кристаллизуется и обеспечивает подпитку стали при кристаллизации.

В этом случае усадочная раковина сосредоточена в прибыльной части, которую затем отрезают на переплав.

Усадочные раковины, расположенные по всему объему слитка или по его части, обычно заполнены газами, растворенными в жидком металле, но выделяющимися при кристаллизации. В хорошо раскисленной, так называемой спокойной стали, отлитой в изложницу с утепленной надставкой, усадочная раковина образуется в верхней части слитка, и в объеме всего слитка содержится малое количество пузырей и раковин - (рис. 34, в). Недостаточно раскисленная, так называемая, кипящая сталь содержит раковины и пузыри во всем объеме - (рис. 34, г).

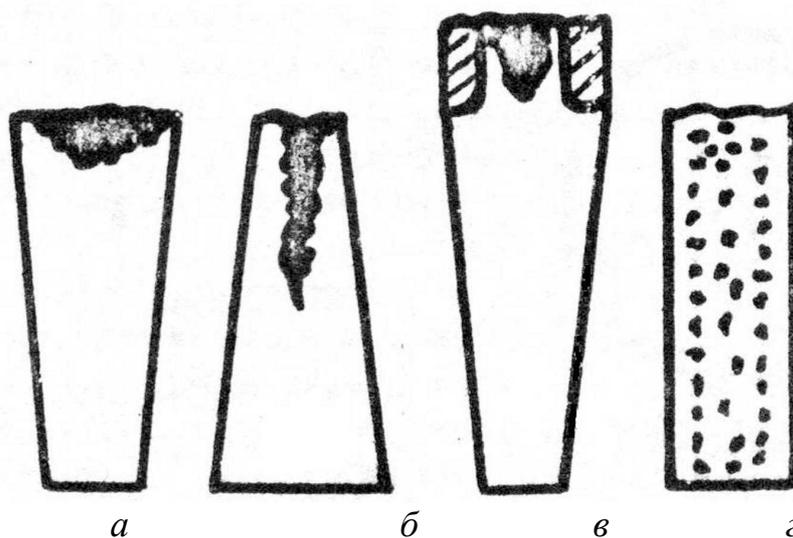


Рис.34. Схема влияния формы изложницы на расположение усадочной раковины:  
*а* – изложница, расширяющаяся кверху; *б* – изложница, расширяющаяся книзу;  
*в* – изложница, расширяющаяся кверху с прибыльной надставкой; *г* – изложница,  
 не имеющая изменений геометрии

**Пузыри** в литом металле представляют собой округлые, овальные или продолговатые (в виде каналов) газовые полости. По расположению пузыри бывают внутренними и подкорковыми в зависимости от того, зафиксируются ли они в затвердевающем

металле или успеют переместиться к поверхности слитка. Круглые газовые пузыри называются свищами. Причины образования газовых пузырей - высокое содержание газов (кислорода, азота, водорода) и их выделение в период кристаллизации в связи с уменьшением растворимости в твердом металле. Бурное выделение газов при кристаллизации сопровождается выталкиванием жидкого металла в верхнюю часть слитка и формированием там, свищей, что приводит к его вспучиванию, т. е. рослости слитка.

Затвердевание малых изолированных междендритных объемов стали с высокой газонасыщенностью сопровождается образованием общей пористости, разновидностью которой является осевая пористость (рис. 35).

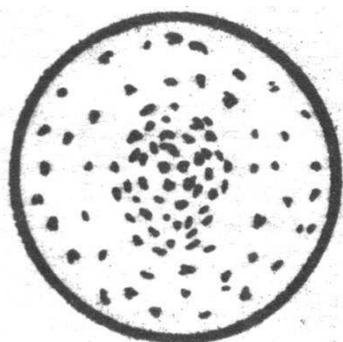


Рис. 35. Пористость слитка

**Химическая неоднородность слитка**, обусловленная процессом избирательной кристаллизации, называется **ликвацией**. Различают следующие виды ликвации:

1) дендритную (в пределах одного дендрита), заключающуюся в том, что оси дендритов при кристаллизации твердых растворов имеют более высокую концентрацию тугоплавких компонентов сплава, чем оси второго порядка и содержат меньше примесей, чем металл, расположенный между осями или разветвлениями дендритов; в деформированной стали вызывает полосчатость структуры;

2) зональную, отражающую неравномерность химического состава в различных областях слитка: в верхней и средней частях слитка содержится больше примесей (серы, фосфора, углерода (рис. 36)), наиболее склонных к ликвации.

Сера и фосфор - вредные примеси, поэтому очень важно знать распределение их в металле. Количественно ликвацию серы в металле оценивают методом Баумана по отпечатку макрошлифа на бумаге

(предварительно смочив фотобумагу 5%-ным водным раствором серной кислоты и плотно приложив эмульсионной стороной к исследуемой поверхности). Наличие на фотобумаге темных включений  $Ag_2S$  укажет форму и характер распределения сульфидов (серы) по сечению образца металла.

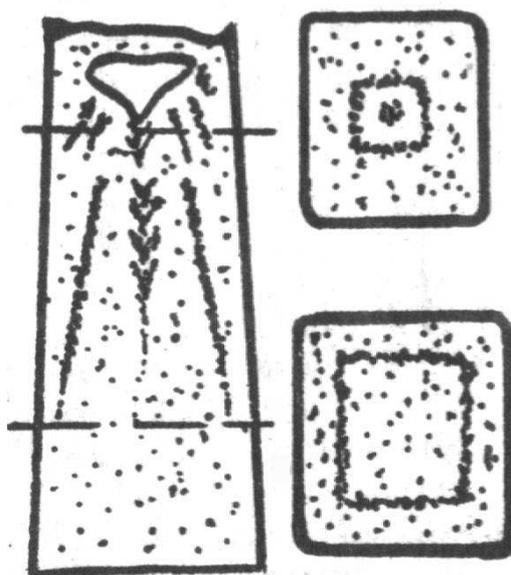


Рис. 36. Ликвация в слитках

**Осевая пористость** - присутствие в осевой зоне слитка мелких пор усадочного происхождения, располагающихся преимущественно в средней по высоте части слитка. Возникает при затвердевании последних порций жидкого металла в условиях его недостаточного количества.

Химический состав металла дает представление о среднем количественном соотношении его элементов, но при этом остается неизвестным их распределение (т. е. однородность) по сечению.

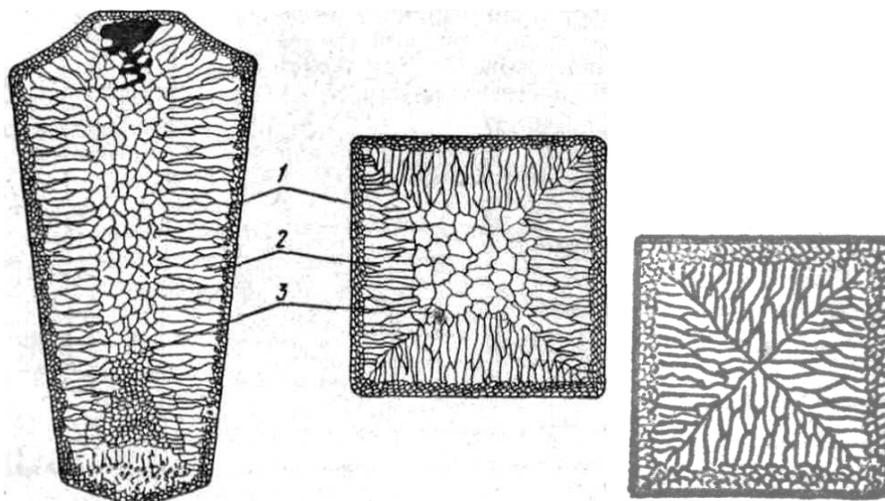
**Неметаллические включения** - примеси, не растворимые в расплавленном металле и присутствующие в нем в виде посторонних, довольно малых включений; попадают в металл из внешних источников (шлак, огнеупоры), образуются при его раскислении в процессе плавки и окислении при разливке (оксиды, нитриды, сульфиды). При оценке качества металла необходимо учитывать не только количество неметаллических включений, но и форму их выделений. Особенно вредны они в виде пленок по границам зерен, в форме вытянутых нитей и полос или скоплений; при деформировании

металла вытягиваются вдоль направления деформации и образуют нитевидные дефекты, названные *волосовинами*.

Структура литого слитка состоит из трех основных зон: наружной мелкозернистой, состоящей из дезориентированных мелких кристаллов – дендритов, зоны столбчатых кристаллов и зона равноосных кристаллов (рис. 37, а).

В зоне столбчатых кристаллов металл более плотный, он содержит меньше раковин и газовых пузырей, однако места стыка столбчатых кристаллов обладают малой прочностью. Кристаллизация, приводящая к стыку зон столбчатых кристаллов, носит название *транскристаллизации* (рис. 37, б). Для устранения транскристаллизации необходимо замедленное охлаждение слитка с целью образования зоны равноосных кристаллов.

Форма первичных кристаллов (дендритов) после горячей обработки давлением резко изменяется: дендриты вытягиваются вдоль направления течения металла и превращаются в волокна. Неметаллические включения, расположенные на границах зерен или в виде скоплений, тоже вытягиваются в направлении деформации и часто разрываются. Газовые пузыри и поры, находящиеся главным образом в подкорковой и головной частях слитка, уплотняются и свариваются (если их стенки не были покрыты окислами или в них не скопились неметаллические включения). Таким образом, улучшается структура металла и происходит его уплотнение, но сохраняется неоднородность состава как в макрообъеме, так и в пределах дендрита, чем и объясняется повышение механических свойств только вдоль волокон.



*a*

*б*

Рис. 37. Схемы транскристаллизации слитка:

*a* – обычная транскристаллизация: 1 – наружная мелкозернистая зона; 2 – зона столбчатых кристаллов; 3 – зона равноосных кристаллов;  
*б* – полная транскристаллизация

Основное требование к ответственным деталям – расположение волокон должно соответствовать конфигурации деталей. Если же волокна в процессе обработки перерезаны, деталь получается значительно ослабленной.

Исследование макрошлифов сварных швов определяют качество сварки, надежность сварного шва, макроструктуру наплавленного шва. В сварных швах возможны следующие дефекты: непровар, пережог, пористость, трещины.

#### **1.4. Способы выявления макроструктуры**

Различают следующие реактивы универсального действия:

1. Водный раствор азотной кислоты: 4—10%  $\text{HNO}_3$ , остальное вода. Реактив применяют в холодном состоянии. При травлении шлиф протирают ватным тампоном или погружают в реактив, периодически его протирая. После травления шлиф промывают в воде и высушивают. При выявлении волокнистой структуры или дендритов после травления рекомендуется проводить легкую шлифовку тонкой шкуркой. Продолжительность травления: от нескольких минут до получаса.

Реактив хорошо выявляет пустоты, волокнистую структуру зоны сварного соединения, флокены. Его можно использовать для выявления дендритной структуры. Реактив успешно действует на углеродистые и низколегированные стали.

2. Спиртовой раствор азотной кислоты (4% -ный раствор  $\text{HNO}_3$  в этиловом спирте). Продолжительность травления: от 20 мин до 4 ч. Реактив хорошо выявляет структуру в сварных швах.

3. Водный раствор соляной кислоты: 50  $\text{см}^3$   $\text{HCl}$ , 50  $\text{см}^3$  воды. Травление производят погружением в горячий реактив. Продолжительность травления составляет от 10 до 45 мин. Основное применение – выявление пустот. Хорошо обнаруживаются также ликвация, волокнистость, пороки литья, структура сварных швов.

Температура раствора 60–70°C. Применяется для травления разнообразных легированных сталей. На рис. 38 приведен пример применения реактива.

4. Водный раствор соляной и серной кислот: 500 см<sup>3</sup> HCl; 70 см<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; 180 см<sup>3</sup> воды.

Раствор применяют в горячем состоянии – при 95–100°C. Продолжительность травления до 2 ч. Травление ведут погружением.

Реактивы дают глубокое травление и их применяют для выявления пустот, ликвации, грубой волокнистой и дендритной структуры (рис. 39).

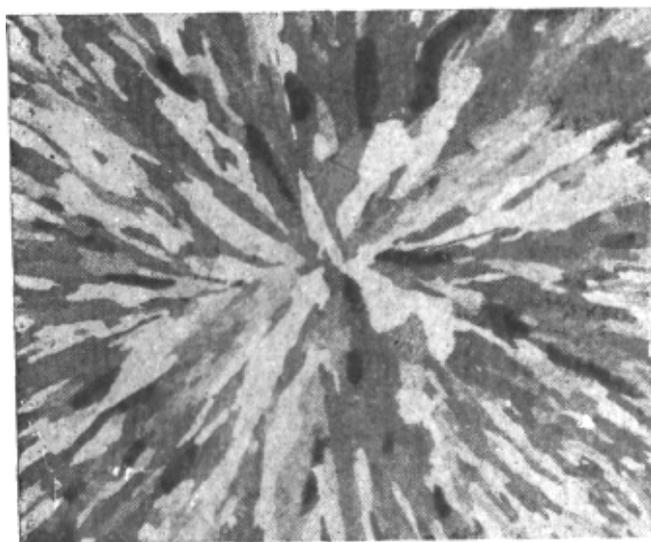


Рис. 38. Пример использования раствора 3. Структура литой углеродистой стали

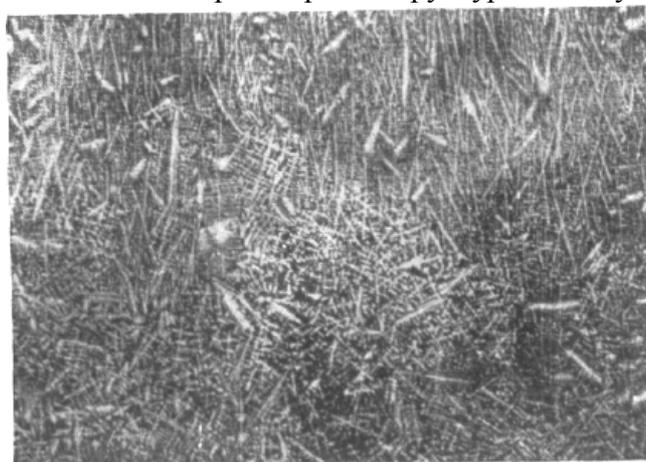


Рис. 39. Пример применения смеси серной и соляной кислот. Дендритное строение литой углеродистой стали

## **Порядок выполнения работы**

Освоить технику приготовления и травления макрошлифов.

Исследовать предложенную коллекцию изломов, макрошлифов и сварных швов. Дать заключение о причинах возникновения дефектов в исследуемых образцах металла (по макрошлифам).

Определить и описать виды исследуемых изломов и причины их возникновения. Дать заключения о качестве сварки и надежности сварного шва, исследовав макроструктуру наплавленного металла.

Составить отчет по работе.

## **Содержание отчета**

При составлении отчета необходимо четко указать задачи макроструктурного анализа, изложить методику приготовления и травления макрошлифов, описать дефекты исследованных макрошлифов, зарисовать их и указать причины возникновения. Описать характер изученных изломов, макроструктуру сварных швов и привести заключение о качестве сварки.

## **Контрольные вопросы**

1. Какими характеристиками определяется качество металлов и сплавов?
2. От каких факторов зависит структура металла?
3. С помощью какого метода изучают внутреннее строение металлов?
4. Используя какой метод, изучают размеры, форму и взаимное расположение кристаллов?
5. Что такое макроструктурный анализ?
6. Расскажите, что выявляют макроструктурным анализом.
7. Что можно обнаружить внешним осмотром поверхности металла?
8. Объясните, что дает изучение излома.
9. Виды изломов в зависимости от качества металла, условий эксплуатации и режимов нагружения деталей и конструкций.
10. Как разрушают образцы для изучения изломов?
11. Какой из видов излома относят к вязкому?

12. Можно ли судить о форме и размерах зерна по вязкому излому?
13. Когда возникают вязкие изломы?
14. Что означает возникновение вязкого излома?
15. Какой из видов излома относят к усталостному?
16. Расскажите, какой вид нагружения вызывает появление усталостного разрушения.
17. Когда возникают хрупкие эксплуатационные разрушения?
18. Чем характеризуется хрупкий излом?
19. Когда возникают рванины металла?
20. Что такое горячие (кристаллизационные) трещины?
21. Причины возникновения трещин напряжения.
22. Причины возникновения шлифовочных трещин.
23. Что такое плена?
24. Когда возникают прокатные плены?
25. Что такое макрошлиф?
26. Что выявляют и изучают на макрошлифах?
27. Как выявляют макростроение на макрошлифах?
28. Что такое усадочная раковина?
29. Причины образования газовых пузырей.
30. Что такое ликвация?
31. Виды ликвации.
32. Что такое флокены?
33. Какие причины вызывают возникновение флокенов?
34. Что такое транскристаллизация?

### **Лабораторная работа №5 МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ**

**Цель работы:** ознакомление с методами микроструктурного анализа, с процессом приготовления микрошлифов; изучение устройства, принципов действия универсального светового микроскопа МИ-1 и возможностей обработки изображений при помощи программного комплекса AutoScan.

**Оборудование и материалы:** металлографический комплекс, включающий световой микроскоп МИ-1, цифровую камеру Nikon Colorpix-4300 с фотоадаптером; образец металла для приготовления микрошлифа, абразивная шкурка различной зернистости, полирующие материалы.

**Задания:** 1. Ознакомиться с методами микроструктурного анализа. 2. Приготовить микрошлиф. 3. Изучить устройство и принцип действия оптического микроскопа. 4. Ознакомиться с возможностью обработки информации с помощью программ AutoScan. 5. Изучить микроструктуру образца. 6. Измерить величину зерна и определить его основные параметры. 7. Составить отчет по работе.

### **Общие сведения**

Исследование строения и пороков металла при больших увеличениях с помощью микроскопа (светового или электронного) на специально подготовленных образцах - микрошлифах называется микроскопическим, или микроструктурным, анализом (микроанализом), а изучаемое строение (структура) металла - микроструктурой. Микроанализ проводят с целью определения микроструктуры и фазового состава сталей и сплавов, оценки количества, размеров, формы и распределения различных фаз. Этот анализ позволяет установить связь химического состава, условий производства и обработки сплава с его микроструктурой и свойствами.

Применяемые в настоящее время световые микроскопы позволяют наблюдать и фотографировать структуру при увеличениях до 2500 раз, а электронные – до 1 000 000 раз.

Микроанализ включает три этапа:

- 1) приготовление микрошлифов – вырезка, шлифование и полирование;
- 2) травление шлифов – выявление структуры;
- 3) исследование микроструктуры под микроскопом до и после травления.

### **1. Приготовление микрошлифов**

**Микрошлифом** называют небольшой образец металла, имеющий специально подготовленную поверхность для микроанализа.

Хорошо подготовленный микрошлиф должен отвечать ряду требований:

– прежде всего, он должен быть представительным для структуры и свойств изучаемого объекта (детали);

– вырезка, шлифование и полирование образца должны осуществляться таким образом, чтобы на его поверхности оставался минимальный слой металла, деформированного шлифоприготовлением;

– на поверхности шлифа не должно быть царапин, рисок, ямок и загрязнений;

– в процессе приготовления шлифа не должно происходить выкрашивания неметаллических включений, карбидных и других фаз;

– поверхность шлифа должна быть плоской и гладкой для обеспечения возможности исследования его при больших увеличениях.

**Вырезка образцов.** Выбор числа образцов, места их вырезки и сечения материала, по которому проходит плоскость микрошлифа, определяется целью металлографического исследования.

1. Для установления степени однородности структуры изделия шлифы вырезают из различных мест, располагая их в шахматном порядке по сечению.

2. Если надо изучить закономерность изменения структуры в каком-то направлении, то шлифы вырезают последовательно один за другим в этом направлении.

3. В тех случаях, когда микроструктурный анализ предусмотрен стандартом, размеры шлифов и способ их отбора также стандартизированы. Вырезать их в этом случае можно любым способом, обеспечивающим сохранение структуры металла.

4. Выбранный участок исследования (например, трещина, включение, скол и др.) должен попасть в образец, а для сравнения следует вырезать еще один образец из другого участка этой детали без дефекта.

5. При исследовании структуры всей детали обычно производят системную вырезку образцов, количество которых должно обеспечить возможность статистической обработки результатов.

Вырезку образцов следует проводить, соблюдая определенные меры предосторожности, чтобы не вызвать изменения структуры из-за наклепа или нагрева.

Наиболее часто для вырезки образцов в металлографических лабораториях используют отрезные станки с абразивными кругами.

Для удовлетворительной резки, обеспечивающей отсутствие прижогов и значительного деформационного повреждения поверхности, важно выбрать соответствующий круг и режим резания:

- для резки сталей предпочтительнее использовать круги с абразивными частицами из  $Al_2O_3$ ;

- для резки цветных металлов – круги с частицами SiC;

- грубозернистые круги обычно более быстро и с меньшим нагревом режут крупные сечения, а мелкозернистые позволяют получить лучшую чистоту поверхности и исключить прижог при резке деталей малого сечения;

- для резки мягких материалов обычно применяют твердые круги (с твердым связующим материалом), а для резки твердых материалов – мягкие круги.

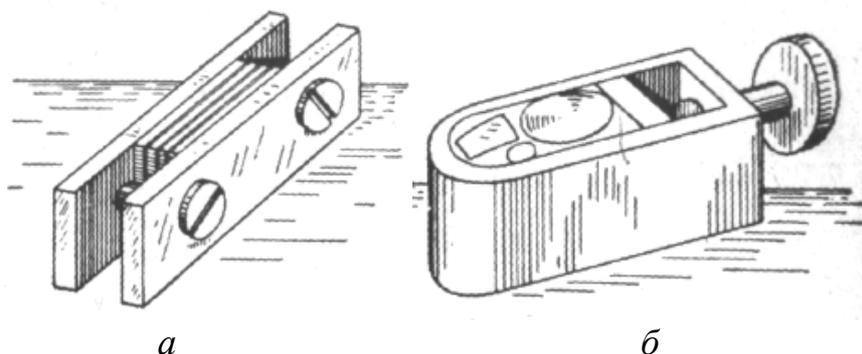
Во всех случаях резку абразивными кругами следует проводить с использованием охлаждающей жидкости.

**Подготовка поверхности.** Плоскость для исследования выбранной поверхности шлифа получают механической обработкой (торцеванием, фрезерованием, опилованием, шлифованием) с обязательным охлаждением, не допуская нагрева.

**Форма, размеры образцов и монтаж.** Образцы для микроскопического исследования могут иметь различную форму, определяемую характером изделия и задачами исследования.

Для ручной обработки шлифа удобны образцы прямоугольной или цилиндрической формы диаметром 10–15 мм или со стороной квадрата 10–15 мм, высотой 15–20 мм.

При массовом исследовании и механической подготовке шлифов в соответствии с формой и размерами образцов изготавливают специальные держатели (рис. 40).



а б  
Рис. 40. Простейшие зажимы для образцов:

*a* – листовых; *б* – кусковых

На практике образцы часто бывают значительно меньших размеров (проволока, тонкий лист, мелкий режущий инструмент, кусочки сломанной детали). В этих случаях для изготовления шлифа образцы заливают легкоплавким сплавом Вуда:



а также пластмассой, эпоксидными смолами (рис. 41) или зажимают в специальные струбцины.



Рис. 41. Микрошлиф для исследования микроструктуры образца железа с добавками фуллеренов, запрессованный в пластмассу

Такие же приемы используют для изготовления микрошлифов из деталей или образцов с покрытиями – после химико-термической обработки (цементации, азотирования и т. д.), напыления, гальванического осаждения и др., чтобы избежать «завалов» по краям шлифа.

**Шлифование.** После получения плоской поверхности образцы вручную или на специальных станках (рис. 42) шлифуют крупнозернистой шлифовальной шкуркой с постепенным переходом к мелкозернистой.



Рис. 42. Двухдисковый станок для мокрой шлифовки и полировки

Для сухого шлифования применяют шкурку, выпускаемую промышленностью по ГОСТ 6456-82, для мокрого – водостойкую бумажную шкурку (ГОСТ 10054-82).

При ручном шлифовании шкурку помещают на плоское твердое основание (обычно толстое стекло). Образец прижимают шлифуемой поверхностью к шкурке и ритмично перемещают вперед и назад по прямой линии.

При механическом шлифовании шкурку закрепляют на вращающемся круге с помощью зажимных колец или клеевого покрытия на обратной стороне шкурки, а образец прижимают к шкурке вручную или устанавливают в зажимное приспособление станка.

Шлифование проводят в одном направлении до тех пор, пока не исчезнет рельеф от обработки шкуркой предыдущего номера (т. е. поворачивать образец на  $90^\circ$  можно только при переходе к шлифованию шкуркой другой зернистости).

После шлифования для удаления остатков абразива шлиф промывают водой, а затем полируют.

В качестве промежуточной операции между тонким шлифованием и полированием используют притирку. В этом случае абразив наносят на шлифовальный (притирочный) круг, изготовленный из чугуна или таких материалов, как дерево, свинец,

нейлон, парафин, бумага или специальная ткань. Абразив может быть запрессован в материал притирочного круга с помощью стальной плитки или подаваться на круг в виде смеси абразивных частиц с водой различной консистенции (от жидкой до пастообразной), а также специальных паст.

**Полирование.** Полирование служит для удаления мелких рисок, оставшихся после шлифования, и получения гладкой зеркальной поверхности шлифа.

Полирование осуществляется вручную или на автоматических станках (рис. 43).

Применяют механический, электрохимический и химико-механический методы полирования.

При ручном полировании образец непрерывно перемещают от центра к периферии (рис. 43, *а*), что обеспечивает равномерное распределение абразива и однородный износ полировального материала. Кроме того, образец периодически вращают или перемещают «восьмеркой», чтобы исключить образование «хвостов» около неметаллических включений и частиц выделившихся фаз.

Чаще полирование проводят на специальном полировальном станке, диск которого обтянут тканью (фетр, сукно, бархат). В качестве абразива применяют окислы железа, алюминия, хрома и т. д. с водой (рис. 43, *б*).



*а*



*б*

Рис. 43. Однодисковые станки для полировки:  
*а* – ручной; *б* – автоматической

Важное условие получения качественных шлифов - тщательное соблюдение чистоты при полировании. После каждой операции приготовления шлифа образец необходимо хорошо промыть под струей воды, чтобы исключить загрязнение полировального круга абразивными частицами и продуктами резания, внесенными с предыдущих операций. Если в образце имеются мелкие поры и трещины, а также, если для полирования используются алмазные пасты, желательно применять ультразвуковую очистку.

## **2. Травление шлифов**

Полированный микрошлиф под микроскопом представляет собой светлую поверхность с отдельными темными пятнами, точками и линиями, которыми могут быть неметаллические включения (оксиды, сульфиды, шлаки, графиты, нитриды, силикаты) и дефекты металла (раковины, поры, микротрещины, следы обработки).

При изучении неметаллических включений и дефектов металла под микроскопом исследование проводят на нетравленной поверхности шлифа, так как травление может изменить их цвет и исказить вид.

Для выявления полной микроструктуры поверхность шлифа подвергают травлению, т. е. воздействию химически активных растворов щелочей, солей, кислот в спирте или воде. Конкретный химический реактив для травления выбирают, исходя из состава исследуемого металла, его предшествующей обработки и цели исследования. В процессе травления реактив неодинаково взаимодействует с различными участками поверхности микрошлифа, что приводит к разной степени их травимости.

Принцип травления многофазных сплавов заключается в избирательном растворении (вследствие разных скоростей растворения фаз в травящем реактиве) либо окраске одной или нескольких фаз благодаря разнице в химическом составе и в меньшей степени – различной ориентации структурных составляющих.

Однако в чистых металлах или однофазных сплавах избирательное растворение является, по существу, результатом различной ориентации зерен, так как в плоскость микрошлифа попадают разные кристаллографические плоскости.

Таким образом, в результате неодинакового травления границ зерен, фазовых и структурных составляющих на поверхности шлифа появляется микрорельеф (рис. 44, 45).

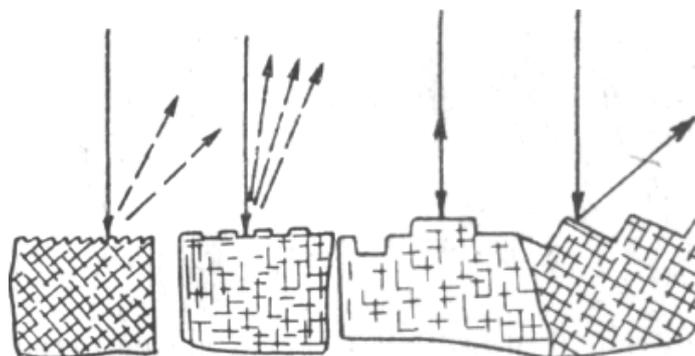


Рис. 44. Схема, поясняющая образование контраста в изображениях рельефных структур

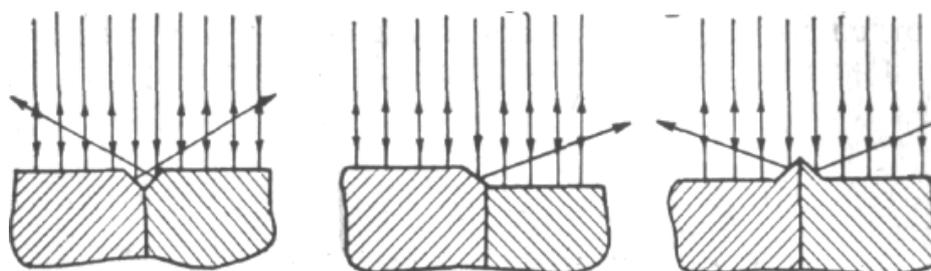


Рис. 45. Схема образования рельефных границ зерен

Для травления микрошлифов применяют большое количество различных реактивов. Основные реактивы для травления микрошлифов сведены в табл. 8.

Таблица 8

### Реактивы для травления микрошлифов

№	Реактив	
	Назначение	Состав
1	2	3
1	Выявление структуры сталей, в том числе после термической обработки, чугунов, магния	1–5 мл азотной кислоты, 100 мл этилового спирта (реактив Ржешотарского)
2	Определение структуры различных сталей, чугунов, ферросплавов	0,5–6 г пикриновой кислоты, 100 мл этилового спирта
3	Выявление структуры коррозионно-стойких сталей с высоким содержанием никеля и кобальта, а также структуры сплавов никеля	30 мл азотной кислоты, 20 мл уксусного ангидрида (реактив наносят ватным тампоном)
4	Определение структуры высокохромистых коррозионно-	3 мл азотной кислоты, 10 мл соляной кислоты, 100 мл этилового

	стойких сталей	спирта
5	Выявление карбидов, вольфрамов в сталях и структуры высоколегированных хромоникелевых сталей	10 г калиевой соли гексацианожелезной кислоты (красная кровяная соль), 10 г едкого калия, 100 мл дистиллированной воды (реактив Мураками)
6	Определение структуры никелевых и кобальтовых сплавов, коррозионно-стойких и жаропрочных сталей	20 г сернокислой меди, 100 мл соляной кислоты, 100 мл дистиллированной воды (реактив Марбле)
7	Выявление структуры меди и ее сплавов	5 мл хлорного железа, 10 мл соляной кислоты, 100 мл дистиллированной воды
8	Определение структуры титановых сплавов	5 мл плавиковой кислоты (48%-ной), 100 мл дистиллированной воды
9	Выявление структуры алюминиевых сплавов	0,5 мл плавиковой кислоты (48%-ной), 100 мл дистиллированной воды

Наиболее часто для черных металлов используют:

- 2–4%-ный раствор азотной кислоты в спирте;
- 3–4%-ный раствор пикриновой кислоты в этиловом спирте.

Самым простым и распространенным способом травления является погружение поверхности шлифа в чашку с травящим реактивом. Если плоскость шлифа большая, применяют капельный метод травления или травят протиркой ватным тампоном, смоченным реактивом.

Продолжительность выдержки при травлении для разных сплавов и структур неодинакова.

При травлении поверхность микрошлифов большинства металлов теряет свой блеск, что свидетельствует о протекании процесса травления. На основании практического опыта по степени потускнения поверхности можно определять момент окончательного процесса травления.

Качество травления микрошлифов оценивают просмотром под микроскопом:

- 1) если структура выявлена неотчетливо, шлиф травят дополнительно;
- 2) если структура слишком затемнена, его снова полируют и травят;

3) если микрошлиф плохо травится и структура имеет искажения, значит поверхностный слой образца наклепан при отрезке или в процессе шлифования; наклеп снимается электрополированием или многократным поочередным полированием и травлением до получения нормальной травимости.

### **3. Исследование микроструктуры**

Микроструктурным анализом определяют:

– количество, форму, размеры и распределение присутствующих фаз и включений;

– размер зерна;

– ликвационные области и микродефекты.

Это далеко не полное перечисление характеризует обширность тех сведений, которые можно получить при помощи исследования микрошлифов в микроскопе.

По результатам микроструктурного анализа судят о качестве металла, его свойствах и предшествующей обработке (механической и термической).

Применяемые в настоящее время световые микроскопы позволяют наблюдать и фотографировать структуру при увеличении до 2500 раз.

#### **3.1. Устройство и принцип действия универсального светового микроскопа МИ-1**

Универсальный световой микроскоп МИ-1 предназначен для использования в промышленности, науке и медицине при проведении микроструктурного анализа различных твердых объектов.

Режимы работы микроскопа:

1) отраженный свет (светлое и темное поле);

2) поляризационный контраст.

Микроскоп оснащен объективами-планапохроматами, а также имеет дополнительный оптический канал для получения изображения на видеокамере и дальнейшего документирования и компьютерной обработки полученного изображения.

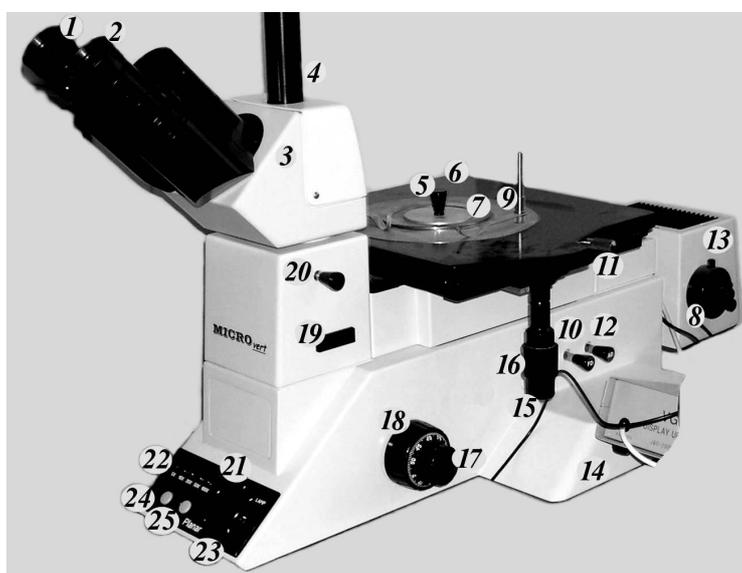
**Описание и работа составных частей микроскопа.** Общий вид микроскопа МИ-1 представлен на рис. 46.

В основе работы микроскопа лежит метод проецирования увеличенного объективом изображения объекта наблюдения в плоскость выходных зрачков окуляров тринокулярной насадки. Режимы наблюдения объекта в отраженном свете, по методу светлого и темного поля.

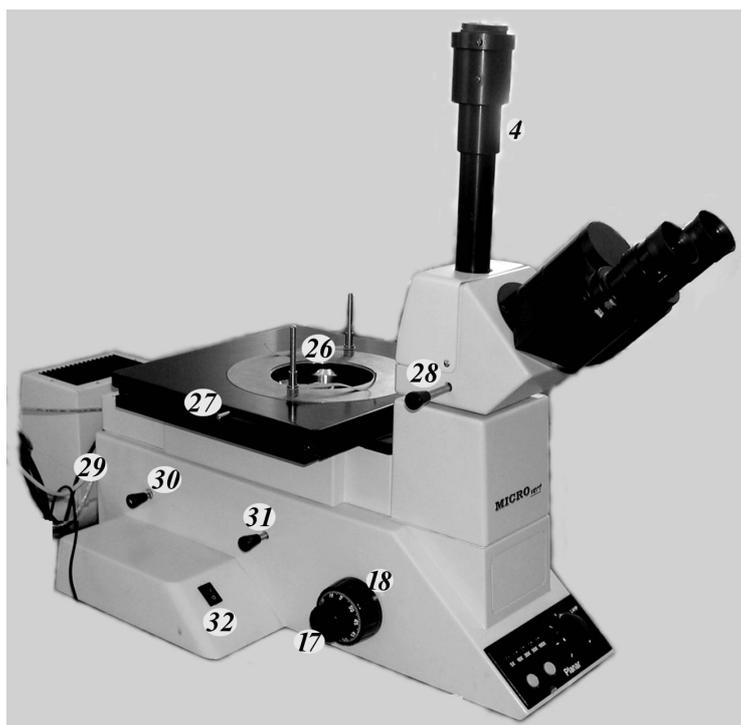
Несущей частью конструкции является корпус 14, в котором расположены элементы оптической схемы и механизмы микроскопа.

В верхней части корпуса 14 со стороны, обращенной к оператору, закреплена тринокулярная насадка 3 с двумя  $10^x$  окулярами 1 и 2 для визуального наблюдения увеличенного изображения объекта. В одном из окуляров (имеющем шкалу на оправе), конструкцией предусмотрена возможность диоптрийной наводки.

Насадка тринокулярная 3 имеет дополнительный оптический канал 4 для установки телевизионной камеры или цифровой фотокамеры Olimpus C-300 с использованием адаптера ЦФК, передающих увеличенное объективом микроизображение объекта на экран монитора персонального компьютера. Слева на корпусе тринокулярной насадки 3 расположена ручка 28 «TV», переключающая светоделение между визуальным и телевизионным каналами.



*a*



б

Рис. 46. Микроскоп МИ-1:

а – вид справа; б – вид слева

1, 2 – окуляры; 3 – насадка тринокулярная; 4 – крышка; 5 – объективы под крышкой; 6 – стол; 7 – пластина; 8 – ламподержатель; 9 – крышка; 10 – ручка; 11 – винт; 12 – ручка; 13 – фонарь; 14 – корпус; 15, 16, 17, 18 – ручка; 19 – крышка; 20, 21 – ручка; 22 – светодиоды; 23 – пульт управления; 24, 25 – кнопка; 26 – объективы; 27, 28, – ручка; 29 – источник электропитания; 30, 31 – ручка; 32 – выключатель

На корпусе 14 установлен стол 6, на пластину 7 которого размещают объект наблюдения. Пластина 7 имеет возможность поворота вокруг вертикальной оси Z на угол  $\pm 15^\circ$  за ручку 27 и фиксации стопорным винтом 11. Конструкция предусматривает перемещение верхней плиты стола 6 по координатным осям X, Y в пределах  $\pm 12,5$  мм. Перемещение стола осуществляется вращением ручек 15 и 16 соответственно.

Под столом 6 в корпусе 14 находится головка револьверная с электромеханическим приводом и установленными на ней микрообъективами 26, накрытыми в нерабочем состоянии крышкой 5. Смена позиций объективов осуществляется кнопками 24 и 25. При этом свечение светодиодов 22 на пульте 23 индицирует увеличение объектива, находящегося в рабочем положении.

Стол микроскопа 6 установлен жестко и предназначен для размещения объекта наблюдения. На стол микроскопа устанавливаются вкладыши нужного диаметра. Допустимая масса укладываемого на стол исследуемого объекта не более 5 кг.

Механизм фокусировки объекта расположен спереди, под столом микроскопа и предназначен для вертикального перемещения револьверной головки с объективами по оси Z для получения резкого изображения предмета наблюдения вращением соосных ручек 18 или 17, расположенных слева и справа на корпусе 14.

Ручка 18 служит для грубой (предварительной), а ручка 17 – для тонкой (окончательной) наводки на резкое изображение наблюдаемого объекта.

В микроскопе используется пять объективов, из них три – универсальные ( $5^x$ ,  $10^x$ ,  $20^x$ ), планапохроматы позволяют вести наблюдение объекта в светлом и темном полях и два объектива  $50^x$ ,  $100^x$  – светлорольные, с увеличенным рабочим расстоянием.

Пульт 23 микроскопа предназначен для управления револьверной головкой смены объективов при помощи кнопок 24 или 25, а также для изменения яркости свечения лампы фонаря 13 при помощи ручки 21. На пульте имеется пять светодиодов 22 зеленого цвета. Свечение любого из них индицирует включение микроскопа и увеличение соответствующего объектива, находящегося в рабочем положении.

Слева на боковой поверхности корпуса 14 расположена ручка 31 «BF/DF» переключения режима освещения светлое/темное поле.

Справа на боковой поверхности корпуса 14 расположены ручки 10 «FD» и 12 «AD» управления полевой и апертурной диафрагмами соответственно, 20 « $1^x/1,5^x$ » смены тубусных объективов  $1,0^x$  или  $1,5^x$ .

Слева на боковой поверхности корпуса 14 находится ручка 30 «F» переключения светофильтров осветителя микроскопа. Возможны три режима освещения: с синим светофильтром, зеленым или без светофильтра.

Сзади микроскопа расположен фонарь 13, источник электропитания 29.

Для снижения влияния вибраций на качество изображения объекта снизу на корпусе микроскопа установлены амортизаторы.

Источник электропитания 29 расположен внутри корпуса 14 и выполнен с импульсным преобразованием сетевого напряжения.

На задней крышке источника имеются два гнезда, промаркированные 12V, 100 W, для подсоединения кабеля ламподдержателя.

Фонарь 13 установлен в осветительной системе микроскопа, обеспечивает освещение объекта наблюдения в режиме отраженного света и крепится при помощи винта на корпусе фонаря 13. В качестве источника света применяется галогенная лампа накаливания 12В 100 Вт, устанавливаемая в ламподержатель 8.

**Подготовка к работе на микроскопе МИ-1.** Нажатием сетевого выключателя 32 включить его, при этом должен загореться один из светодиодов 22 и лампа фонаря 13.

Смена увеличения производится изменением положения гнезда объективов 26 путем нажатия кнопок 24 и 25.

**Примечание.** Перед работой необходимо проверить визуально чистоту наружных оптических поверхностей и при необходимости почистить их. Чистку наружных поверхностей оптических деталей микроскопа производить по необходимости тампоном ваты, смоченным в спирто–эфирной смеси (20% спирта ректифицированного и 80% эфира этилового). Чистку выполнять без нажима, каждой стороной тампона только один раз. Перед чисткой отключить микроскоп от сети.

Нажатием одной из кнопок 24 или 25 установить в рабочую позицию объектив 5<sup>x</sup>. Вращением ручек 18, а затем 17 добиться резкого изображения наблюдаемого объекта в поле зрения окуляров.

В зависимости от выбранного режима освещения предмета наблюдения светлое или темное поле установить ручку 31 в положение «BF» или «DF» соответственно.

Отрегулировать яркость освещения предмета наблюдения необходимо с помощью ручки 21.

В зависимости от условий наблюдения объекта установить в рабочую позицию соответствующий светофильтр ручкой 30 «F».

**Работа микроскопа при освещении отраженным светом по методу светлого поля.** Ручку 31 установить в положение «BF», т. е. задвинуть до фиксации.

Таблица 9

### Рекомендуемые значения апертурной диафрагмы

Обозначение объектива	Рекомендуемое положение рукоятки управления апертурной диафрагмой
100 <sup>x</sup> /0,7	1 или 2
50 <sup>x</sup> /0,5	2 или 3
20 <sup>x</sup> / 0,45 BD	4 или 5
10 <sup>x</sup> /0,3 BD	4 или 5
5 <sup>x</sup> /0,15BD	4 или 5

Перемещением ручки 12 «AD» управления апертурной диафрагмой установить оптимальную диафрагму для используемого объектива. В большинстве случаев оптимальной для хорошей контрастности и разрешения считается диафрагма, изображение которой в плоскости выходного зрачка объектива составляет до 2/3 диаметра зрачка. Рекомендуемые значения апертурной диафрагмы в зависимости от используемого объектива приведены в таблице 9.

С помощью ручки 10 «FD» управления полевой диафрагмой установить оптимальную полевую диафрагму в зависимости от используемого окуляра (при смене объективов подрегулировка диафрагмы не требуется).

**Работа микроскопа при освещении отраженным светом по методу темного поля.** Ручку 31 установить в положение «DF», т. е. вытянуть до фиксации.

Полностью открыть полевую «FD» и апертурную «AD» диафрагмы. Для этого ручки 10 и 12 необходимо установить в положение «6» и «5» соответственно. Отрегулировать яркость освещения предмета наблюдения ручкой 21.

### **3.2. Обработка изображений с использованием программного комплекса AutoScan**

Программный комплекс AutoScan предназначен для количественной обработки изображений (рис. 47). Комплекс состоит из программ Areas, Objects, Compares. Изображения, используемые для анализа образцов, являются растровыми.

Все три программы имеют общие для них характеристики:

1) захват изображений через плату видеозахвата с внешнего источника (видеокамеры) посредством использования TWAIN-

драйвера (сканер, цифровой фотоаппарат) или загрузка уже существующих файлов изображений;

2) формирование произвольно настраиваемых отчетов, которые могут содержать изображения, форматированный текст, таблицы, гистограммы и др.;

3) встроенный в отчеты Бейсик - подобный язык AutoScript, предназначенный для произведения несложных расчетов либо для создания работы с различными методиками.

Программа *AutoScan Areas (AS Areas)* предназначена для измерения площадей некоторых зон на изображении. Она позволяет проводить ручное выделение требуемых зон по их яркостным характеристикам с одновременным автоматическим вычислением их площадей.

Программа *AutoScan Objects (AS Objects)* служит для морфологического анализа изображений. Она дает возможность производить ручное, полуавтоматическое и автоматическое выделение объектов на полутоновых и цветных изображениях и их автоматическую классификацию по заданным параметрам.

Текущие версии программ *AutoScan Areas* и *AutoScan Objects* имеют следующие возможности:

- предварительная обработка изображения при помощи последовательности графических фильтров;
- визуальное пороговое выделение до 20 различных яркостно-цветовых зон (классов) на изображении;
- автоматическое вычисление и использование 27 различных параметров объектов;
- автоматическое вычисление площадей и их процента от общей обрабатываемой площади;
- полная поддержка и удобная работа с пакетами изображений с возможностью пошаговой или автоматической обработки по заданным настройкам;
- автоматическое разбиение объектов на произвольно настраиваемые классы по одному или нескольким параметрам.

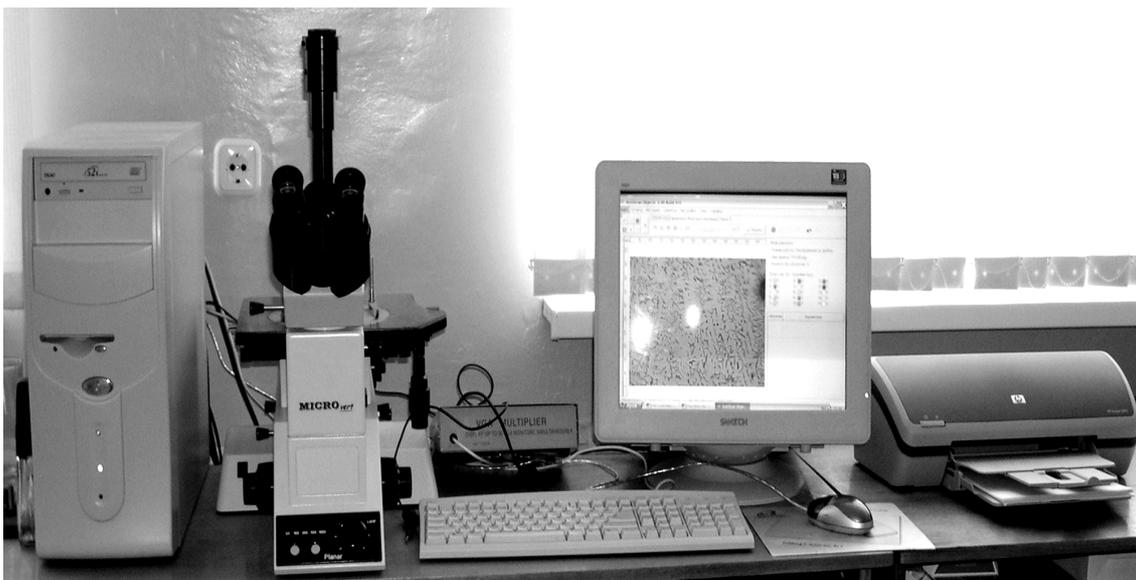


Рис. 47. Микроскоп МИ-1 с программным комплексом AutoScan

Программа *AutoScan Compares (AS Compares)* предназначена для анализа изображений посредством визуального сравнения их с эталонными изображениями по некоторой заданной методике.

Текущая версия программы *AutoScan Compares* имеет следующие возможности:

- создание составных изображений из набора (мозаики) изображений образца для получения более полной информации об образце;
- приведение масштаба анализируемого изображения к масштабу эталонных изображений для их точного визуального сравнения на экране компьютера (с помощью предварительной привязки изображений с помощью объекта-микрометра);
- ручное измерение длин и площадей на анализируемом изображении;
- возможность создания методик пользователем.

**Общие принципы анализа изображений.** При анализе любого изображения используются единые общие принципы. Обычно процедура анализа разбивается на несколько этапов:

1. *Фиксация изображения.* Захват и ввод изображения в компьютер.

2. *Сегментирование.* Данная операция обычно выполняется путем установки пороговых значений для каждой фазы регистрируемого образца или более сложным образом.

3. *Редактирование*. Очистка изображения от ложных объектов и корректировка существующих.

4. *Калибровка*. Задание калибровочного коэффициента в выбранных единицах, который автоматически применяется для любого измерения в элементах изображения.

5. *Обработка данных*. Измерение заданных характеристик объектов (получение численных значений).

6. *Формирование отчета*. В компьютерной графике в общем случае различают векторные и растровые изображения.

**Растровые изображения** – это изображения, состоящие из отдельных точек (пикселей), каждая из которых имеет свой цвет или в случае полутонового (черно-белого) изображения свою яркость (оттенок серого цвета). Такой параметр как разрешение, применяется для указания того, какое количество точек используется для построения картинка.

Например, при разрешении 768×576 пикселей картинка имеет 768 точек в высоту и 576 в ширину. Чем больше пикселей содержится в изображении, тем лучше его качество и точность передачи мелких деталей.

В случае **векторного изображения** картинка состоит из математических объектов (векторов) и не зависит от разрешения.

При любом увеличении объекты, входящие в состав картинка, заново пересчитываются и выводятся на экран без искажений формы в новом масштабе. Для растрового изображения увеличение имеет смысл только до определенного предела, определяемого размерами пикселя.

Программа AutoScan использует в своей работе как растровые, так и векторные изображения. В качестве исходной картинка всегда берется растровое изображение (файл изображения на диске или кадр, захваченный с видеокамеры), которое после пороговой обработки на основе информации о яркости пикселей преобразуется в векторное, т. е. на основе растровых объектов (группы примыкающих друг к другу пикселей, имеющих общие границы) создаются векторные, которые и подлежат дальнейшей обработке.

Объектами считаются любые связанные совокупности пикселей, которые существенно отличаются от окружающих пикселей (фона) своими яркостно-цветовыми характеристиками.

Например, серый круг на белом фоне считается объектом. Два серых круга, не касающихся друг друга, являются двумя объектами.

Если же они касаются друг друга - возникает неоднозначность – либо это один объект, либо два слипшихся объекта. Поскольку компьютеру обычно данную задачу решить не под силу, он считает их одним объектом. Студент должен сам явно разделить их в процессе редактирования, если это два разных объекта.

Чем больше разрешение картинки, тем больше в последствии точность расчетов геометрических размеров выделенных объектов. Что вполне естественно, так как для одного и того же объекта при разных разрешениях потребуется разное количество пикселей: чем большее количество пикселей используется для визуализации объекта на изображении, тем точнее будет определена его форма.

### ***3.3. Методические основы и практические приемы стереологического анализа материалов***

Свойства любого сплава (технологические, механические, коррозионные) определяются его структурой.

Структура, в свою очередь, зависит от химического состава сплава, технологии его получения и последующей обработки посредством механических, термических, химических, физических и других (в том числе комбинированных) воздействий. Поэтому имеются большие возможности создавать сплавы с нужными сочетаниями свойств благодаря получению структуры, которая эти свойства обеспечивает. Важную роль при этом играют методы наблюдения и оценки структуры.

Существуют три способа оценки микроструктуры:

- 1) качественно-описательная;
- 2) полуколичественная (балловая оценка по сравнению со структурами стандартных шкал);
- 3) количественная оценка геометрическими параметрами микроскопического строения.

Первые два способа оценки имеют субъективный характер. Наиболее рациональной и эффективной является строго количественная, объективная оценка микроструктуры геометрическими параметрами ее строения, позволяющая воспользоваться эффективным математическим аппаратом и вычислительной техникой для получения достоверных зависимостей между свойствами и структурой, между структурой, составом и обработкой сплава.

При количественной оценке определяются следующие структурные характеристики:

- величина зерна;
- линейные размеры элементов структуры;
- величина удельной протяженности границ;
- удельный объем фаз (элементов структуры, пор, неметаллических включений).

Установление достоверного значения любого из параметров двумерной структуры является длительным и трудоемким процессом, так как требует измерения или подсчета сотен, а иногда и тысяч элементов структуры.

Существенно ускоряет анализ автоматический анализатор изображения (программный комплекс AutoScan) к световому микроскопу МИ-1. Кроме этого он освобождает наблюдателя от напряженной зрительной работы и дает более высокую точность результатов.

### **Порядок выполнения работы**

Ознакомиться с методами микроструктурного анализа.

Освоить технику приготовления и травления микрошлифов.

Изучить устройство и принцип действия универсального оптического микроскопа МИ-1.

Исследовать предложенную коллекцию микрошлифов под микроскопом при всех увеличениях. Записать изображение в память компьютера. Описать микроструктуру.

Ознакомиться с возможностью обработки информации с помощью программ AutoScan.

Измерить величину зерна и определить его основные стереологические параметры.

Составить отчет по работе.

### **Содержание отчета**

При составлении отчета необходимо четко указать задачи микроструктурного анализа, изложить методику приготовления и травления микрошлифов, описать устройство и принцип действия

светового микроскопа МИ-1, распечатать записанное изображение микроструктуры исследованных микрошлифов и описать структуру.

Коротко изложить возможности обработки информации с помощью программ AutoScan. Привести данные по проведенному измерению величины зерна и других основных параметров.

### **Контрольные вопросы**

1. Что такое микроанализ?
2. Расскажите, что определяют микроструктурным анализом.
3. Какие этапы включает микроанализ?
4. С помощью каких приборов осуществляют микроструктурное исследование?
5. Какие возможности предоставляет микроструктурный анализ.
6. Что такое «качественное исследование структуры»?
7. Что входит в понятие «количественная оценка структурных составляющих»?
8. Перечислите методы, изучающие внутреннее строение кристаллов.
9. С помощью каких методов изучают размеры, форму и взаимное расположение кристаллов?
10. Какими характеристиками определяется качество металлов и сплавов?
11. От каких факторов зависит структура металла?
12. Какой принцип изучения структуры с помощью металлографических микроскопов?
13. Что обеспечивает четкое изображение структуры поверхности в микроскопе МИ-1?
14. Можно ли осуществлять количественную оценку структуры в металлографическом микроскопе?
15. Для чего применяется окуляр-микрометр?
16. Какое увеличение дают оптические световые микроскопы?
17. Для чего используются полевая и апертурная диафрагмы?
18. Что такое «светлое» и «темное» поля?
19. Объясните, что такое микрошлиф.
20. Какие операции входят в понятие «приготовление шлифов»?
21. Как получают плоскость для исследования на поверхности шлифа?
22. Каким процессом сопровождается механическая шлифовка и

полировка микрошлифов?

23. Как снимают искаженный слой после шлифования и полирования?

24. На каких операциях приготовления микрошлифов возникает слой с искаженной структурой?

25. Что можно видеть под микроскопом на полированном микрошлифе?

26. Для чего травят образцы?

27. От чего зависит состав реактива для травления?

28. Перечислите простые и распространенные способы травления микрошлифов.

29. Расскажите о принципе травления многофазных сплавов?

30. Объясните, в чем заключается принцип травления чистых металлов и однофазных сплавов?

31. Почему в результате травления возникает микрорельеф?

### **Лабораторная работа №6 ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ**

**Цель работы:** изучение процесса первичной кристаллизации - энергетические условия процесса, механизм процесса, форма кристаллических образований, строение слитка; изучение процесса первичной кристаллизации на каплях раствора азотнокислого свинца и влияния степени переохлаждения на характер затвердевания капель раствора медного купороса.

**Оборудование и материалы:** бинокулярный микроскоп, электроплитка, раствор азотнокислого свинца, раствор медного купороса, предметное стекло, стеклянная палочка.

**Задания:** 1. Изучить зависимость характера изменения свободной энергии в жидком и твердом состояниях от температуры. 2. Изучить механизм процесса кристаллизации и форму кристаллических образований. 3. Исследовать влияние степени переохлаждения на процесс затвердевания и объяснить различия в протекании процесса для разных условий. 4. Изучить строение слитка. 5. Исследовать особенности затвердевания капли азотнокислого свинца и структуру капли после кристаллизации. 6. Составить отчет по работе.

### **Общие сведения**

Процесс образования кристаллов (кристаллической решетки) из жидкой фазы называется **первичной кристаллизацией**.

Образование кристаллов с другой решеткой из твердого вещества в результате полиморфного превращения называется **вторичной кристаллизацией**, или **перекристаллизацией**.

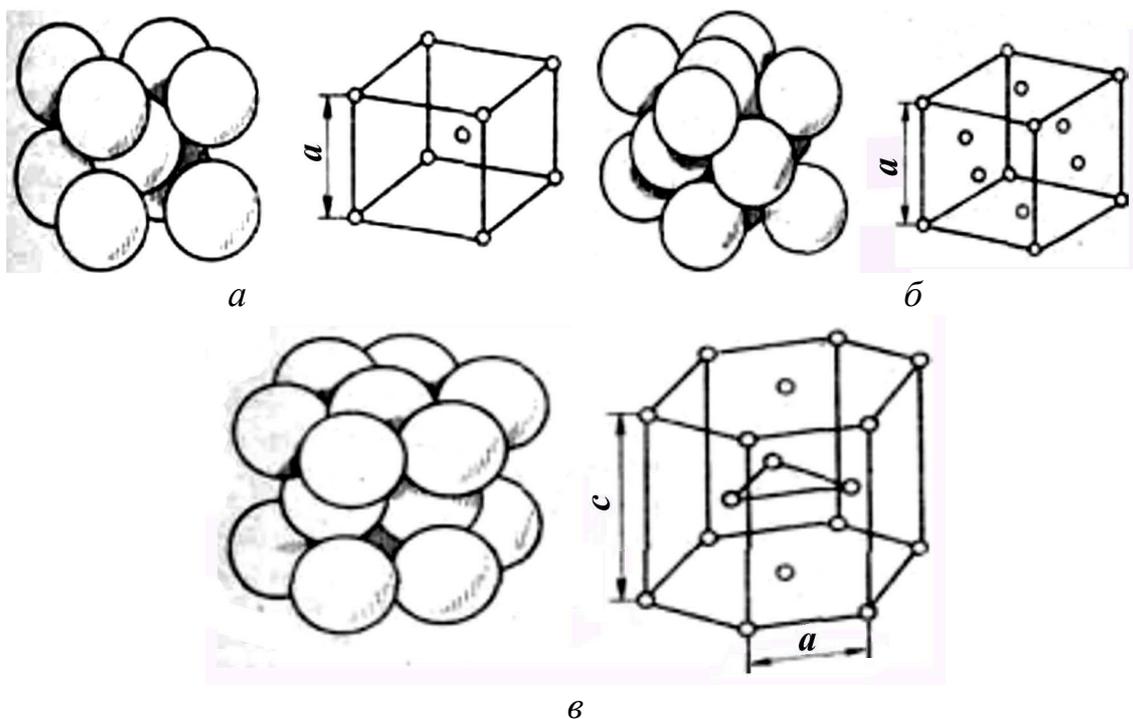


Рис. 48. Кристаллические решетки (слева изображение в виде плотноупакованных шаров-атомов, справа – схема кристаллической решетки):

*а* – объемноцентрированная кубическая (о. ц. к.);

*б* – гранецентрированная кубическая (г. ц. к.);

*в* – гексагональная плотноупакованная (г. п. у.)

В идеальных условиях кристаллизации атомы размещаются по геометрически правильной схеме: на определенном расстоянии друг от друга, образуя кристаллическую решетку (рис. 48 – справа). Приведенное точечное расположение атомов в кристаллических решетках является условным, так как в действительности атомы имеют определенный размер и могут соприкасаться друг с другом (рис. 48 – слева).

В реальных условиях правильный порядок размещения атомов в кристаллической решетке нарушается, и возникают дефекты строения (точечные, линейные, поверхностные), которые значительно влияют на свойства металла, так же как размеры и форма образующихся кристаллов (рис. 49, 50).

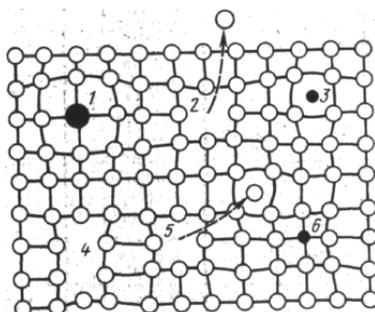


Рис. 49. Схема точечных дефектов в кристалле:

1 - примесный атом замещения; 2 - дефект Шотки; 3 - примесный атом внедрения; 4 - дивакансия; 5 - дефект Френкеля (вакансия и межузельный атом); 6 - примесный атом замещения

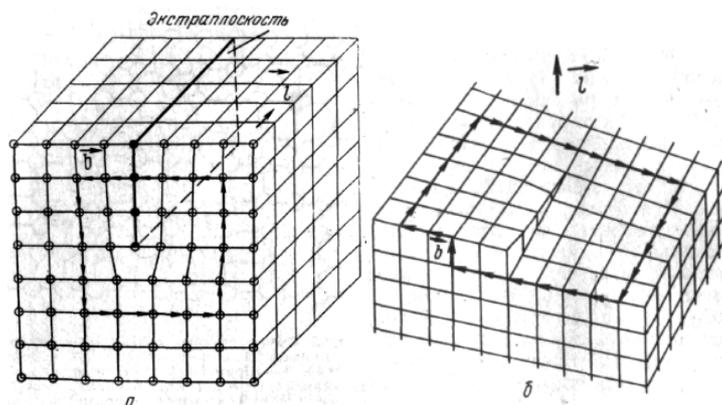


Рис. 50. Виды дислокации в кристаллической решетке:

*a* – краевая дислокация; *б* – линейная дислокация

**Реальное строение металлических кристаллов.** Обычно кусок металла состоит из скопления большого числа маленьких кристаллов неправильной формы, называемых зернами. Кристаллические решетки в отдельных зернах ориентированы относительно друг друга случайным образом (рис. 51).

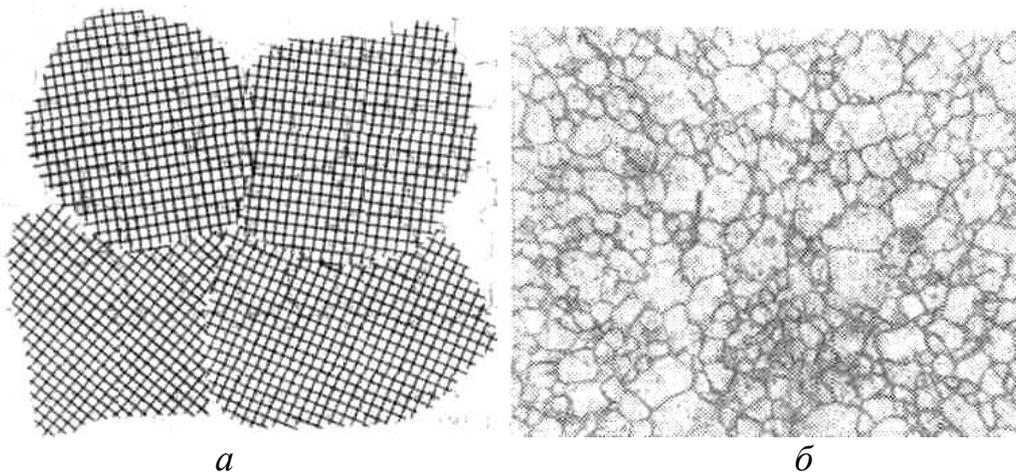


Рис. 51. Структура поликристаллического твердого тела:  
*a* - схема различной ориентации кристаллических решеток в зернах

Поверхности раздела зерен называются границами зерен. Такой кусок металла является поликристаллом. При определенных условиях, обычно при очень медленном контролируемом отводе тепла при кристаллизации (затвердевании металла), может быть получен кусок металла, представляющий собой один кристалл, его называют монокристаллом. В настоящее время в лабораториях выращивают монокристаллы массой в несколько сот грамм и более.

### 1. Энергетические условия кристаллизации

Энергетическое состояние любого вещества (системы), состоящего из огромного числа охваченных тепловым движением частиц (атомов, молекул), зависит от внешних условий (температуры, давления) и характеризуется определенным значением свободной энергии.

*Свободной энергией* называется та часть полной энергии вещества, которая может обратимо изменять свою величину при изменении температуры, при полиморфных превращениях и изменениях состояния (плавлении, испарении и обратных процессах).

Изменение свободной энергии расходуется на тепловые эффекты превращений и изменение теплоемкости.

С повышением температуры свободная энергия вещества уменьшается, но неодинаково для жидкого и кристаллического состояний (рис. 52).

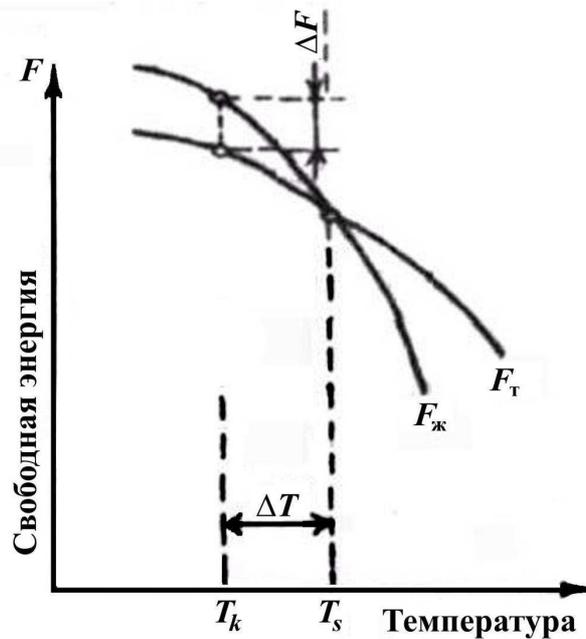


Рис. 52. Изменение свободной энергии металла в жидком ( $F_{ж}$ ) и твердом ( $F_{т}$ ) состояниях в зависимости от температуры

Согласно законам термодинамики, энергетически более устойчивое состояние обладает наименьшей свободной энергией. Поэтому при температурах выше  $>T_s$  более устойчив жидкий металл, имеющий меньший запас свободной энергии, а ниже этой температуры  $<T_s$  - устойчив твердый. При температуре, равной  $T_s$  величины свободных энергий жидкого и твердого состояний равны и металл может находиться в обоих состояниях.

Температура  $T_s$  называется равновесной, или теоретической температурой кристаллизации (или плавления). Для начала кристаллизации необходимо, чтобы процесс был термодинамически выгоден системе и сопровождался уменьшением ее свободной энергии. Это возможно только при охлаждении ниже температуры  $T_s$ . Температуру, при которой практически начинается кристаллизация, называют фактической температурой кристаллизации ( $T_k$ ).

Охлаждение жидкости ниже равновесной температуры кристаллизации называется переохлаждением, а нагревание выше этой температуры (при плавлении) – перенагреванием. Разность между теоретической (равновесной) и фактической температурами кристаллизации называют степенью переохлаждения:

$$\Delta T = T_s - T_k.$$

## 2. Механизм процесса кристаллизации

Процесс кристаллизации начинается с образования кристаллических зародышей (центров кристаллизации) и продолжается в процессе роста их числа и размеров (рис. 53).

В жидком металле имеет место ближний порядок (упорядоченное расположение атомов в небольших микрообъемах), динамически не устойчивый из-за интенсивного теплового движения атомов. С понижением температуры количество и размер упорядоченных микрообъемов возрастает, а при температурах, близких к  $T_s$ , в жидком металле возможно образование небольших группировок с таким же расположением атомов, как в кристаллах. Такие дозародышевые группировки называют фазовыми (гетерофазными) флуктуациями, наиболее крупные из которых превращаются в зародыши при дальнейшем снижении температуры.

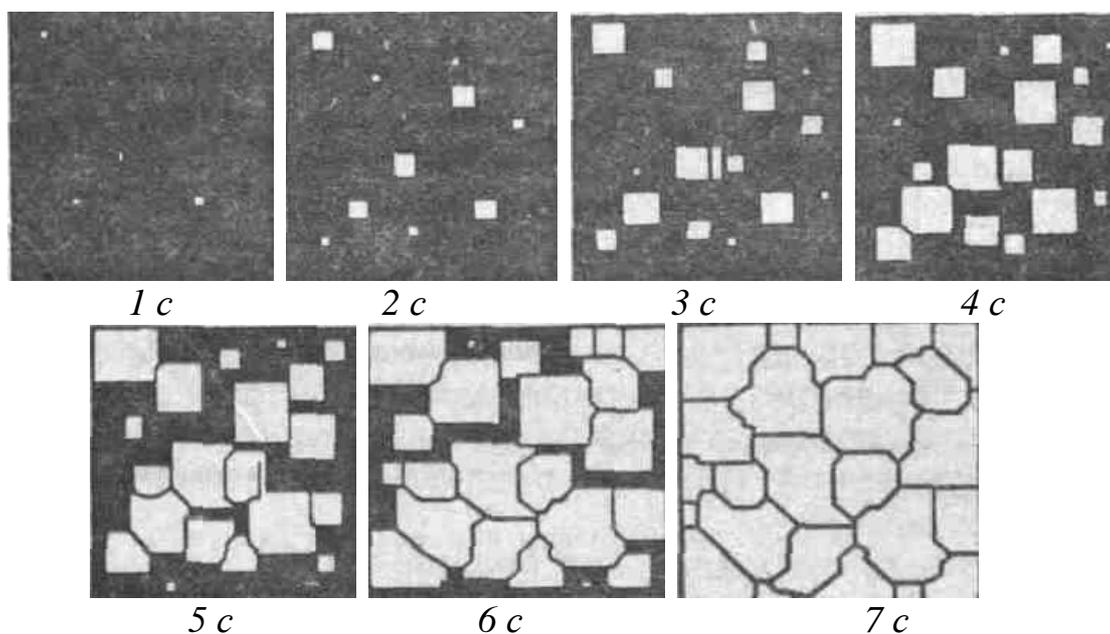


Рис. 53. Модель процесса кристаллизации

В процессе кристаллизации возникают зародыши различной величины, и свободная энергия системы, с одной стороны, уменьшается из-за перехода некоторого объема жидкого металла в твердый, а с другой стороны – возрастает в результате образования поверхности раздела жидкость – металл.

Образование зародышей малых размеров приводит к росту свободной энергии системы, так как приращение свободной энергии за счет образования новой поверхности  $F_{нов}$  больше, чем ее уменьшение в результате образования микрообъемов  $F_{об}$  твердого металла (с пониженной свободной энергией). Такие зародыши расти не могут и растворяются в жидком металле.

Устойчивыми зародышами являются только те, образование и рост которых понижают свободную энергию системы. Зародыш минимального размера, способный к росту при данной температуре, называется критическим (устойчивым). Все зародыши, размеры которых больше критического, устойчивы. Каждой температуре кристаллизации соответствует определенной размер устойчивого зародыша: чем ниже температура, тем меньший размер имеет устойчивый зародыш и тем большее число центров кристаллизации образуется в единицу времени.

Рост кристаллов из центра кристаллизации происходит в результате перехода к ним атомов переохлажденной жидкости. Пока кристаллы окружены жидкостью и растут свободно, они имеют правильную геометрическую форму. Однако при столкновении растущих кристаллов их правильная форма нарушается, так как рост в этом направлении прекращается, а продолжается только в тех направлениях, где есть свободный доступ для «питающей» жидкости. В результате затвердевания образуются кристаллы неправильной формы, называемые кристаллитами, или зернами.

Скорость кристаллизации и строение металла после затвердевания количественно определяются двумя показателями процесса:

- 1) числом центров (ч.ц.) кристаллизации – числом зародышей, возникших в единице объема, т. е. скоростью образования зародышей;
- 2) скоростью роста (с.р.) кристаллов - скоростью увеличения линейных размеров растущего кристалла в единицу времени), величины которых зависят от степени переохлаждения, т. е. от скорости охлаждения (рис. 54).

Процесс кристаллизации протекает тем быстрее, чем больше скорости образования зародышей (ч.ц.) и их роста (с.р.).

Установлено, что ч.ц. и с.к. определяются степенью переохлаждения. Графически изменения величин ч.ц. и с.к. в зависимости от переохлаждения представлены на рис.54. Зависимость ч.ц. и с.к. от переохлаждения выражается кривой с максимумом. При

теоретической температуре кристаллизации ( $n = 0$ ) значения с.к. и ч.ц. равны нулю и процесс кристаллизации идти не может, что находится в полном соответствии с изложенным выше положением о необходимости переохлаждения для протекания процесса. С увеличением переохлаждения значения с.к. и ч.ц. возрастают, достигают максимума и затем понижаются; при больших величинах переохлаждения они практически падают до нуля.



Рис. 54. График зависимости скорости роста кристаллов (с.к.) и скорость центров кристаллизации (ч.ц.) от степени переохлаждения

Обычно скорость образования зародышей, а следовательно, и их число увеличиваются быстрее, чем скорость роста.

Такой характер изменения ч.ц. и с.р. от степени переохлаждения объясняется следующим.

С повышением степени переохлаждения разность свободных энергий жидкого и твердого металла (рис. 52) возрастает, что способствует увеличению скорости кристаллизации, т. е. скорости образования зародышей и их росту (рис. 54). Но для образования и роста зародышей требуется постоянное диффузионное перемещение атомов в жидком металле. Поэтому при больших степенях переохлаждения (при низких температурах) из-за уменьшения скорости диффузии протекание этих процессов затруднено, число зародышей и скорость их роста сокращаются.

При очень низких температурах диффузионная подвижность атомов так мала, что образование кристаллических зародышей и их рост невозможны.

Для металлов в обычных условиях реализуются лишь восходящие ветви кривых числа центров и скорости роста (сплошные линии на рис. 53), так металл затвердевает раньше, чем достигается степень переохлаждения, вызывающая снижение ч.ц. и с.р.

Размер зерна металла сильно влияет на его механические свойства, особенно на характеристики пластичности, которые значительно выше у мелкозернистого металла.

Величина зерна зависит от ч.ц. и с.р.: чем больше скорость образования зародышей и меньше скорость их роста, тем меньше размер кристалла, выросшего из одного зародыша, и, следовательно, более мелкозернистой будет структура металла.

На рис. 55 схематично показано влияние скорости охлаждения (степени переохлаждения) на величину зерна: с изменением степени переохлаждения меняется соотношение ч.ц. и с.р., что и определяет размер кристаллов.

При небольшой степени переохлаждения (малой скорости охлаждения)  $\Delta T_1$  число зародышей мало, процесс кристаллизации протекает медленно и зерна вырастают крупные.

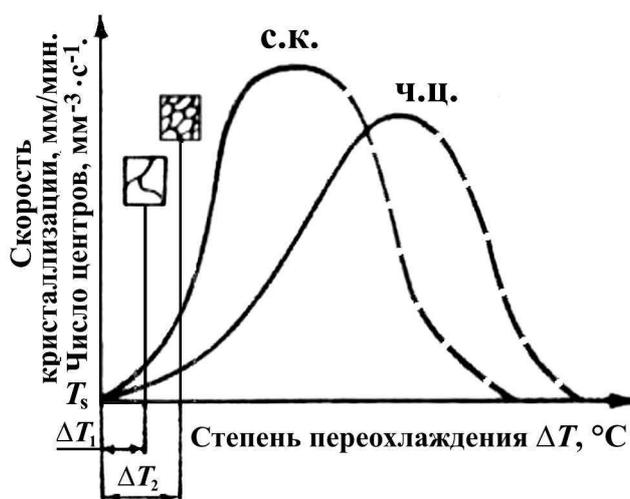


Рис. 55. Влияние степени переохлаждения на число центров кристаллизации (ч.ц.), скорость роста кристаллов (с. р.) и размер зерна

С повышением степени переохлаждения до  $\Delta T_2$  значительно увеличиваются ч.ц. и с.р. и процесс кристаллизации протекает намного быстрее. Так как ч.ц. при этом возрастает быстрее (в 3–4 раза), чем с.р. (1,5–2,0 раза), то зерна не успевают вырасти. Следовательно, изменением скорости охлаждения можно

регулировать размеры кристаллизующихся зерен, т. е., управляя процессом кристаллизации, можно получать литой металл с определенными свойствами.

В технических металлах и сплавах, кроме скорости охлаждения, большое влияние на процесс кристаллизации, в частности на величину зерна, оказывают мельчайшие неметаллические включения, образующиеся при взаимодействии жидкого металла с материалом печи или изложницы, а также специально вводимые окислы. Все эти нерастворимые включения являются дополнительными центрами кристаллизации и способствуют получению мелкозернистого металла.

Процесс искусственного регулирования размеров зерна называют модифицированием, а вещества, которые используются для этой цели, – модификаторами.

## 2.1. Кристаллизация металлов

Процесс перехода металла из жидкого состояния в кристаллическое представляют кривой охлаждения в системе координат время – температура (рис. 56).

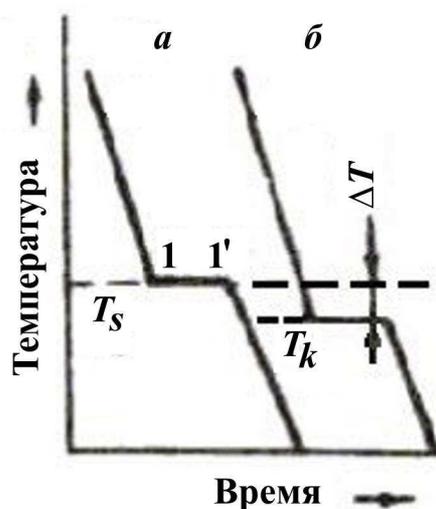


Рис. 56. Кривые охлаждения при различных процессах кристаллизации:  
*a* – теоретический процесс; *б* – реальный процесс

Охлаждение металла в жидком состоянии сопровождается плавным понижением температуры и может быть названо простым охлаждением, так как при этом нет качественного изменения состояния.

При достижении температуры кристаллизации на кривой появляется горизонтальная площадка ( $I-I'$ ), соответствующая температуре кристаллизации в определенном интервале времени: в точке  $I$  начинается кристаллизация и в точке  $I'$  заканчивается.

Остановка в понижении температуры вызвана тем, что отвод тепла при охлаждении компенсируется выделяющейся при кристаллизации скрытой теплотой кристаллизации.

По окончании кристаллизации температура снова начинает плавно снижаться, и закристаллизовавшийся металл охлаждается.

Жидкий металл при реальном процессе кристаллизации непрерывно охлаждается до температуры  $T_k$ , лежащей ниже теоретической температуры кристаллизации  $T_s$ , так как только в этом случае создаются энергетические условия, необходимые для затвердевания.

Термические кривые, характеризующие процесс кристаллизации чистых металлов при охлаждении с разной скоростью, представлены на рис. 57.

При очень медленном охлаждении степень переохлаждения невелика и процесс кристаллизации протекает при температуре, близкой к равновесной (кривая  $V_1$ ).

С увеличением скорости охлаждения степень переохлаждения возрастает (кривые  $V_2$  и  $V_3$ ) и процесс кристаллизации протекает быстрее (см. длину горизонтальных площадок) при температурах, значительно более низких, чем равновесная.

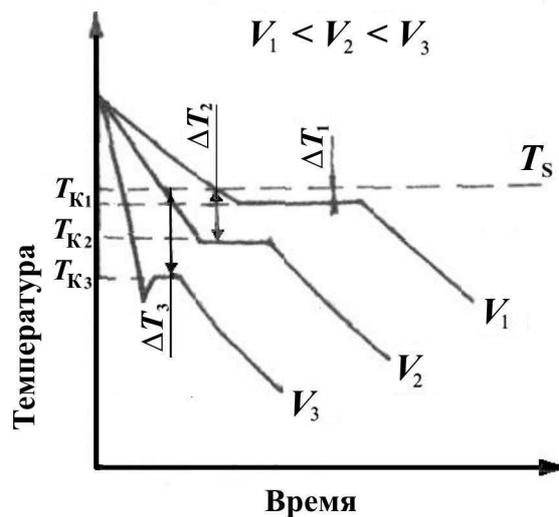


Рис. 57. Термические кривые кристаллизации чистых металлов при разных скоростях охлаждения

Чем чище металл, тем более он склонен к переохлаждению. У некоторых металлов при большом переохлаждении скрытая теплота кристаллизации выделяется в первый момент затвердевания настолько бурно (вследствие возникновения большого числа центров кристаллизации), что температура повышается скачкообразно.

## 2.2. Кристаллизация сплавов

В технике в основном применяются металлические сплавы.

**Сплав** - вещество, полученное сплавлением двух или более элементов, которые являются его компонентами. В качестве компонентов сплавов могут быть как чистые элементы, так и устойчивые химические соединения (не разлагающиеся при нагреве). По количеству содержащихся компонентов сплавы бывают двойные, тройные и т. д. Строение металлического сплава более сложное, чем чистого металла, и зависит от того, как взаимодействуют его компоненты между собой.

Главное условие образования сплавов - получение однородного жидкого раствора.

В жидком состоянии большинство металлов неограниченно растворяются один в другом, образуя однородный жидкий раствор. Только некоторые металлы (например, железо со свинцом, медь со свинцом) почти полностью нерастворимы в жидком состоянии и разделяются по плотности, образуя два несмешивающихся слоя.

Вещества, входящие в состав сплава после его затвердевания, могут находиться либо в виде отдельных частиц, зерен обоих компонентов (механическая смесь), либо в виде образовавшихся химических соединений или взаимно растворившихся друг в друге компонентов (твердые растворы).

Сплавы типа механической смеси образуются из компонентов, не растворившихся и не вступивших в химическое взаимодействие между собой в твердом состоянии с образованием соединений. Структура таких сплавов состоит из смеси отдельных кристаллов обоих компонентов, сохраняющих свои кристаллические решетки.

Сплавы типа химического соединения образуются при химическом взаимодействии между собой компонентов, содержание

которых должно быть строго определенным (стехиометрический состав). Они имеют новую кристаллическую решетку, в которой находится строго определенное число атомов каждого компонента, расположенных всегда одинаково.

Характерной особенностью строения сплавов типа твердых растворов является наличие в их кристаллической решетке разнородных атомов при сохранении решетки растворителя.

Твердые растворы замещения образуются, когда атомы растворенного элемента замещают в кристаллической решетке атомы растворителя. Это возможно, если компоненты имеют одинаковую кристаллическую решетку и размеры их атомов мало отличаются друг от друга (не более 15%).

Образование твердых растворов внедрения происходит при проникновении атомов растворяемого элемента в решетку растворителя в промежутки между его атомами, что возможно, когда атомы растворяемого элемента невелики.

Фазой называется однородная часть системы, отделенная от других частей системы (фаз) поверхностью раздела, при переходе через которую химический состав или структура вещества меняется скачкообразно.

Следовательно, однородный жидкий раствор, твердый раствор и химическое соединение являются однофазными системами; механическая смесь двух видов кристаллов - двухфазная система.

Движущей силой процессов плавления (кристаллизации) сплавов из двух или более компонентов является так же, как и для чистых металлов, разность свободных энергий. Переход сплавов из жидкого состояния в твердое происходит, как и при кристаллизации чистых металлов, только при некотором переохлаждении. Процесс протекает также путем образования центров кристаллизации (зародышей) и последующего их роста.

В этом случае для образования устойчивого зародыша необходимы не только гетерогенные флуктуации, но и флуктуации концентрации. Флуктуациями концентрации называют временно возникающие отклонения химического состава сплава в отдельных малых объемах жидкого раствора от среднего его состава. Такие флуктуации образуются вследствие диффузионного перемещения атомов вещества в результате тепловых движений в жидком растворе.

Зародыш новой (твердой) фазы возникает только в тех микрообъемах исходной (жидкой) фазы, состав которых в результате

флуктуации концентрации соответствует составу новой кристаллизующейся фазы, а расположение атомов – ее строению. Если при этом концентрационные флуктуации имеют микрообъем не меньше критического размера зародыша, то возникает устойчивый зародыш, способный к росту. С увеличением степени переохлаждения число таких зародышей возрастает вследствие уменьшения их критического размера. Наличие в жидкой фазе взвешенных частиц-модификаторов способствует, особенно при сравнительно небольшой степени переохлаждения, образованию большого количества зародышей.

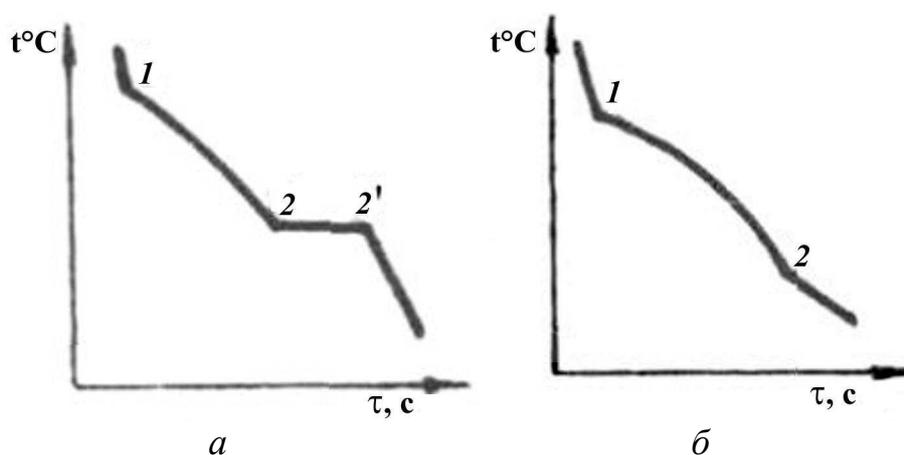


Рис. 58. Кривые охлаждения сплавов, кристаллизующихся с образованием:  
 а – механической смеси; б – твердого раствора

Скорость роста кристаллов в жидких растворах намного меньше, чем в расплавах чистых металлов. Это объясняется необходимостью значительных диффузионных перемещений атомов компонентов в жидком растворе.

Кривые охлаждения сплавов (рис. 58) имеют две критические температуры: верхнюю 1 и нижнюю 2. Наблюдения за процессом кристаллизации показывают, что верхняя критическая температура соответствует началу, а нижняя - концу затвердевания сплавов.

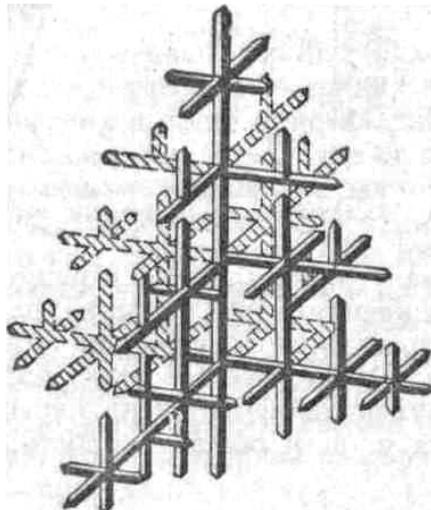
Сравнивая процесс кристаллизации сплавов с процессом кристаллизации чистых металлов, можно заметить резкое отличие:

- сплавы кристаллизуются в интервале температур;
- чистые металлы – при постоянной температуре.

Исключение составляют сплавы эвтектической концентрации, которые кристаллизуются также при постоянной температуре.

Для литого металла типично дендритное строение. Если условия благоприятны, охлаждение медленное, то могут вырасти огромного размера дендриты. В усадочной раковине 100-тонного слитка вырос дендрит (точнее два дендрита, сросшиеся своими основаниями) длиной 39 см (рис. 59, *а*).

Согласно схеме (см. рис. 59, *б*), дендрит состоит из ствола (ось первого порядка), от которого идут ветви (оси второго и последующего порядка).



*а*



*б*

Рис. 59. Дендритная кристаллизация сплава:

*а* – схематическая структура дендрита;

*б* – два сросшихся дендрита высотой 39 см, обнаруженные в 100-тонном слитке и названные «кристаллом Чернова»

Чем быстрее охлаждение при кристаллизации, тем меньше размеры (высота) дендрита и меньше расстояния между ветвями

**Строение слитка.** Реальный процесс кристаллизации осложняется влиянием побочных факторов. Сочетание влияния этих привнесенных факторов (часто не поддающихся точному учету) с

общими законами кристаллизации и определяет особенности строения стального слитка.

Структура литого слитка состоит из трех основных зон (рис. 60).

Первая зона – наружная мелкозернистая корка 1, состоящая из дезориентированных мелких кристаллов – дендритов. При первом соприкосновении со стенками изложницы в тонком прилегающем слое жидкого металла возникает резкий градиент температур и явление переохлаждения, ведущее к образованию большого количества центров кристаллизации. В результате корка получает мелкозернистое строение.

Вторая зона слитка – зона столбчатых кристаллов 2. После образования самой корки условия теплоотвода меняются (из-за теплового сопротивления, из-за повышения температуры стенки изложницы и других причин), градиент температур в прилегающем слое жидкого металла резко уменьшается и, следовательно, уменьшается степень переохлаждения стали. В результате из небольшого числа центров кристаллизации начинают расти нормально ориентированные к поверхности корки (т.е. в направлении отвода тепла) кристаллы.

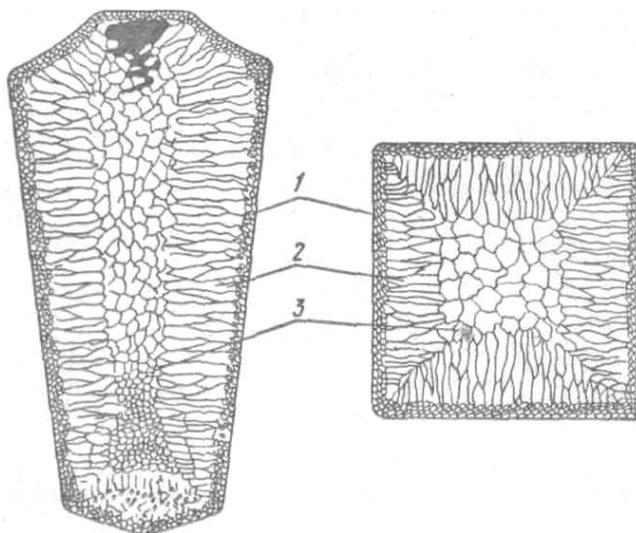


Рис. 60. Схема строения стального слитка

Третья зона слитка – зона равноосных кристаллов 3. В центре слитка уже нет определенной направленности отдачи тепла. «Температура застывающего металла успевает почти совершенно уравниваться в различных точках, и жидкость обращается как бы в кашеобразное состояние, вследствие образования в различных ее точках зачатков кристаллов. Далее зачатки разрастаются осями – ветвями по различным направлениям, встречаясь друг с другом» В результате этого процесса образуется равноосная структура. Зародышами кристалла здесь являются обычно различные мельчайшие включения, присутствующие в жидкой стали, или случайно в нее попавшие, или не растворившиеся в жидком металле.

В зоне столбчатых кристаллов металл более плотный, он содержит меньше раковин и газовых пузырей. Однако места стыка столбчатых кристаллов обладают малой прочностью.

Кристаллизация, приводящая к стыку зон столбчатых кристаллов, носит название *транскристаллизации*.

Степень развития столбчатых кристаллов будет варьироваться главным образом в зависимости от химического состава металла, степени его перегрева, от размера слитка, скорости разливки, формы изложницы и толщины, а также температуры ее стенок. Эти факторы будут влиять на скорость теплоотвода и образование больших или меньших градиентов температур внутри объема кристаллизующейся стали и т. д. Повышение степени перегрева и увеличение скорости охлаждения слитка способствует увеличению доли столбчатых кристаллов и может повести к полной транскристаллизации.

### **3. Связь между свойствами сплавов и типом диаграммы состояния**

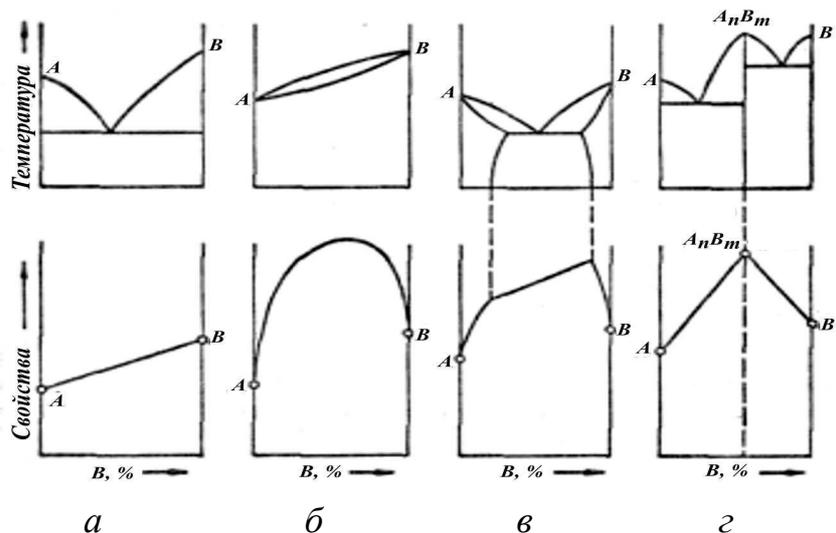


Рис. 61. Свойства сплавов и их диаграммы состояния:

- а* – случай для сплавов, образующих механические смеси из чистых компонентов;
- б* – случай для двойных сплавов с неограниченной растворимостью;
- в* – случай для двойных сплавов с ограниченной растворимостью и эвтектикой;
- г* – случай для сплавов, образующих механические смеси из чистых компонентов и устойчивого химического соединения

Как известно, вид диаграммы состояния зависит от того, какие фазы образуют оба компонента. Свойства сплава также зависят от того, какие соединения или какие фазы образовали компоненты сплава.

Поэтому очевидно, что между видом диаграммы состояния и свойствами сплава должна существовать определенная связь. На рис. 61 приведены четыре основных типа диаграмм состояний и соответствующие им закономерности изменения свойств сплава с изменением концентрации.

По ординате на нижних диаграммах откладывают показатели свойств или обратные им числовые величины. Крайние ординаты на диаграммах показывают свойства чистых компонентов. При значительной разнице в плотности содержание компонента *В* следует откладывать в объемных процентах, а не в массовых, как это обычно делается.

### 3.1. Диаграмма состояния для сплавов, образующих механические смеси из чистых компонентов (I рода)

Оба компонента в жидком состоянии неограниченно растворимы, а в твердом состоянии нерастворимы, и не образуют химических соединений.

Компоненты: вещества  $A$  и  $B$  ( $k = 2$ ).

Фазы: жидкость  $L$ , кристаллы  $A$  и  $B$  (максимальное значение количества фаз  $f = 3$ ).

Общий вид диаграммы состояния показан на рис. 62. Линия  $ACB$  является линией ликвидус (начало кристаллизации), линия  $DCE$  – линией солидус (конец кристаллизации). На линии  $AC$  начинают (при охлаждении) выделяться кристаллы  $A$ , а на линии  $CB$  – кристаллы  $B$ . На линии  $DCE$  из жидкости концентрации  $C$  одновременно выделяются кристаллы  $A$  и  $B$ .

Если взять какой-нибудь сплав, например сплав I, то кривая охлаждения для него будет иметь вид, показанный на рис. 63. На этой кривой участок 0–1 соответствует охлаждению жидкого сплава, участок 1–2 – выделению кристаллов  $A$ , участок 2–2' - совместному выделению кристаллов  $A$  и  $B$  и участок 2'–3 - охлаждению твердого тела. На рис. 63 схематически показано строение сплава в разные моменты кристаллизации. Из жидкости (левый рисунок) выделяются кристаллы  $A$ , затем оставшаяся жидкость кристаллизуется с одновременным выделением кристаллов  $A$  и  $B$ . Правый крайний рисунок показывает структуру уже закристаллизовавшегося металла; видны первичные выделения кристаллов  $A$  и механическая смесь кристаллов  $A + B$ , которые кристаллизовались одновременно.

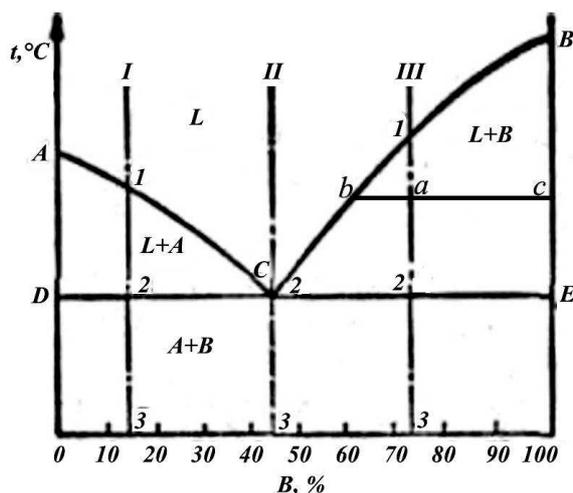


Рис. 62. Диаграмма состояния для сплавов I – III

Механическая смесь двух (или более) видов кристаллов, одновременно кристаллизовавшихся из жидкости, называется эвтектикой (т. е. «легко плавящаяся» (греч.)). Кривая охлаждения сплава эвтектической концентрации показана на рис. 63, б.

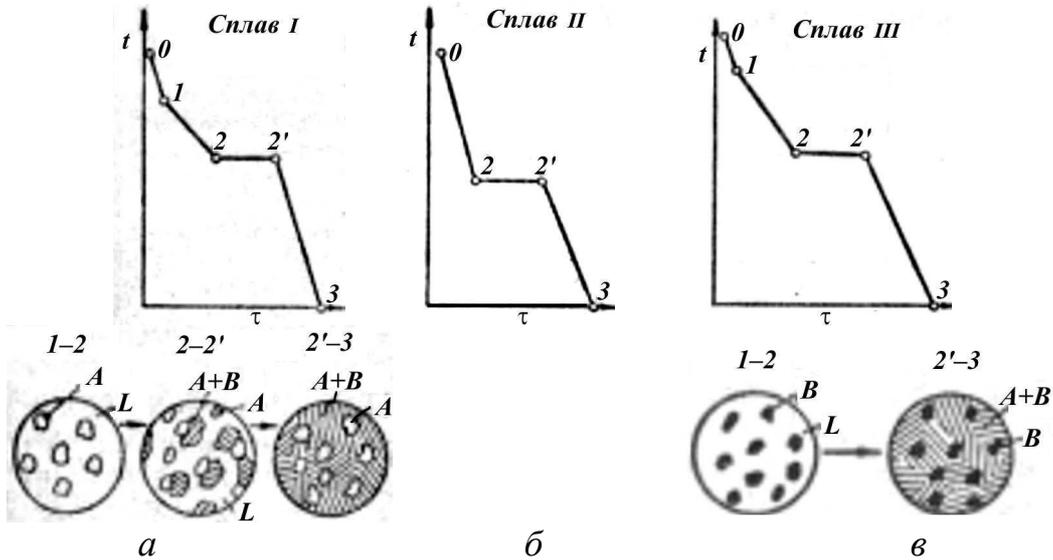


Рис. 63. Кривые охлаждения сплавов:  
*a* - доэвтектического; *б* - эвтектического; *в* - заэвтектического

Согласно правилу отрезков (рис. 65) точка *a* определяет состояние сплава, точка *b* - состав жидкой фазы, а точка *c* - состав твердой фазы, то отрезок *bc* характеризует все количество сплава, отрезок *ac* - количество жидкости и отрезок *ba* - количество кристаллов.

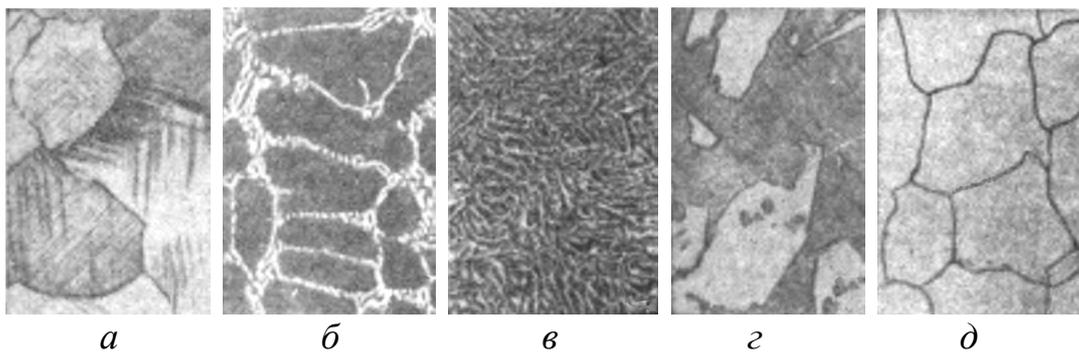


Рис. 64. Структура сплавов свинец-сурьма,  $\times 100$ :  
*a* - чистый свинец; *б* - 6% Sb; *в* - 13 % Sb; *г* - 30 % Sb; *д* - чистая сурьма

Правило отрезков в двойных диаграммах состояния можно применить только в двухфазных областях. В однофазной области имеется лишь одна фаза; любая точка внутри области характеризует ее концентрацию.

Второе положение правила отрезков формулируется так: «Для того чтобы определить количественное соотношение фаз, через заданную точку проводят горизонтальную линию. Отрезки этой линии между заданной точкой и точками, определяющими составы фаз, обратно пропорциональны количествам этих фаз».

Правило отрезков в двойных диаграммах состояния можно применить только в двухфазных областях. В однофазной области имеется лишь одна фаза; любая точка внутри области характеризует ее концентрацию.

На рис. 64 приведен пример структуры сплавов свинец – сурьма, образующих механические смеси из чистых компонентов при различных содержаниях сурьмы.

### **3.2. Диаграмма состояния для сплавов с неограниченной растворимостью в твердом состоянии (II рода)**

Оба компонента неограниченно растворимы в жидком и твердом состояниях и не образуют химических соединений.

Компоненты:  $A, B$ .

Фазы:  $L, \alpha$ .

Если два компонента неограниченно растворяются в жидком и твердом состояниях, то возможно существование только двух фаз – жидкого раствора  $L$  и твердого раствора  $\alpha$ . Следовательно, трех фаз быть не может, кристаллизация при постоянной температуре не наблюдается и горизонтальной линии на диаграмме нет.

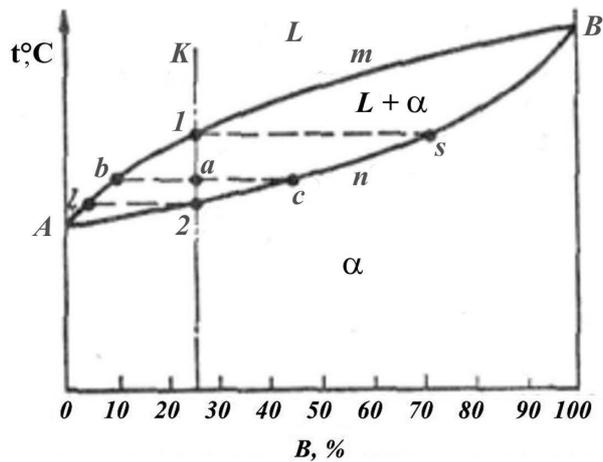


Рис. 65. Диаграмма состояния (неограниченная растворимость в твердом состоянии)

Диаграмма, изображенная на рис. 65, состоит из трех областей: жидкость, жидкость + твердый раствор и твердый раствор.

Линия  $AmB$  является линией ликвидус, а линия  $AnB$  – линией солидус. Процесс кристаллизации изображается кривой охлаждения сплава (рис. 66).

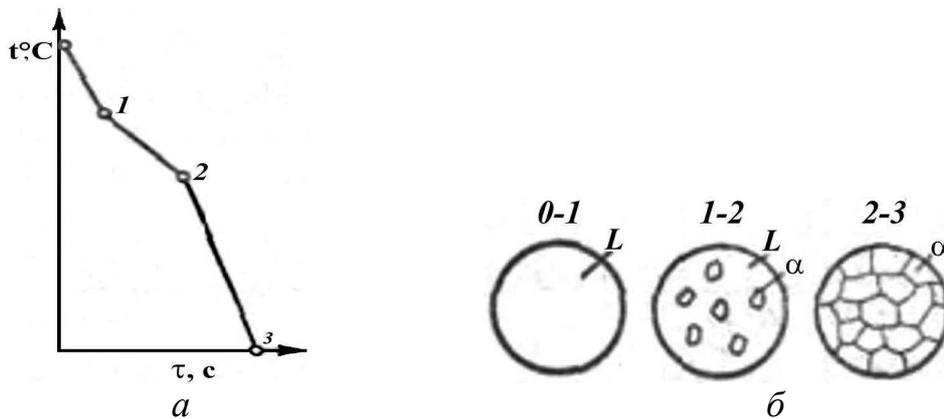


Рис. 66. Кривая охлаждения и схема структуры сплава с неограниченной растворимостью в твердом состоянии

Точка  $1$  соответствует началу кристаллизации, точка  $2$  – концу. Между точками  $1$  и  $2$  (т. е. между линиями ликвидус и солидус) сплав находится в двухфазном состоянии. При двух компонентах и двух фазах система моновариантна ( $c = k - f + 1 = 2 - 2 + 1 = 1$ ), другими словами, если изменяется температура, то изменяется и концентрация компонентов в фазах; каждой температуре соответствуют строго определенные составы фаз. Концентрация и количество фаз у сплава, лежащего между линиями солидус и ликвидус, находятся правилом

отрезков. Так, сплав  $K$  в точке  $a$  состоит из жидкой и твердой фаз. Состав жидкой фазы определяется проекцией точки  $b$ , лежащей на линии ликвидус, а состав твердой фазы – проекцией точки  $c$ , лежащей на линии солидус. Количество жидкой и твердой фаз устанавливается из следующих соотношений: количество жидкой фазы  $ac/bc$ , количество твердой фазы  $ba/bc$ .

Обратим внимание, что во всем интервале кристаллизации (от точки 1 до точки 2) из жидкого сплава, имеющего исходную концентрацию  $K$ , выделяются кристаллы, более богатые тугоплавким компонентом. Состав первых кристаллов определится проекцией  $s$ . Закончиться кристаллизация сплава  $K$  должна в точке 2, когда последняя капля жидкости, имеющая состав 1, затвердеет. Отрезок, показывающий количество твердой фазы, равнялся нулю в точке 1, когда только началась кристаллизация, и количеству всего сплава в точке 2, когда кристаллизация закончилась. Состав жидкости изменится по кривой  $1-l$ , а состав кристаллов – по кривой  $s-2$ , и в момент окончания кристаллизации состав кристаллов такой же, как и состав исходной жидкости.

### **3.3. Диаграмма состояния для сплавов с ограниченной растворимостью в твердом состоянии (III рода)**

Оба компонента неограниченно растворимы в жидком состоянии, ограниченно в твердом и не образуют химических соединений.

Компоненты:  $A, B$ .

Фазы:  $L, \alpha, \beta$ .

В сплавах такого рода возможно существование жидкой фазы, твердого раствора компонента  $B$  в компоненте  $A$ , который мы будем называть  $\alpha$  – раствором, и твердого раствора компонента  $A$  в компоненте  $B$ , который обозначим через  $\beta$ . В этих сплавах возможно неинвариантное равновесие при одновременном сосуществовании трех фаз:  $L, \alpha, \beta$ . В зависимости от того, какая реакция протекает в условиях существования трех фаз, могут быть два вида диаграмм: диаграмма с эвтектикой и диаграмма с перитектикой.

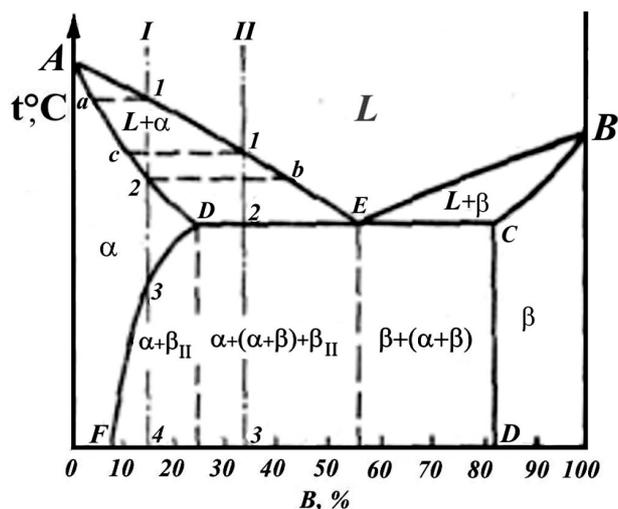


Рис. 67. Диаграмма состояния для сплавов с ограниченной растворимостью в твердом состоянии с эвтектикой

В этой системе не образуются фазы, представляющие собой чистые компоненты. Из жидкости могут выделяться только твердые растворы  $\alpha$  или  $\beta$ . Следовательно, около вертикалей  $A$  и  $B$  (рис. 68), соответствующих чистым компонентам, находятся области существования твердых растворов  $\alpha$  или  $\beta$ . Предельная растворимость компонента  $B$  в компоненте  $A$  определяется линией  $DF$ , а предельная растворимость  $A$  в компоненте  $B$  линией  $CG$ .

Сплавы, находящиеся между этими двумя линиями, находятся за пределами растворимости и являются двухфазными, состоящими из  $\alpha + \beta$ . Окончание кристаллизации происходит по эвтектической реакции  $L \rightarrow \alpha + \beta$ .

Линия  $AEB$  является на этой диаграмме линией ликвидус, линия  $ADCB$  – линией солидус. Зная правило фаз и правило отрезков, можно проследить за процессом кристаллизации любого сплава.

**Кристаллизация сплава I.** Выше точки  $I$  сплав находится в жидком состоянии. В точке  $I$  начинается процесс кристаллизации. Выделяются кристаллы твердого раствора  $\alpha$ , концентрация которого изменяется по кривой  $a - 2$ , а состав жидкости изменяется по кривой  $I - б$ . В точке  $2$  кристаллизация закончится, и полученные кристаллы твердого раствора должны иметь (для равновесной кристаллизации) концентрацию исходной жидкости. Эти кристаллы не претерпевают изменений до точки  $3$ , лежащей на линии предельной растворимости. Ниже этой точки твердый раствор ее является пересыщенным и выделяет избыточные кристаллы. Такими кристаллами являются

кристаллы  $\beta$ -твёрдого раствора, что определяют, применяя правило рычага для сплава, лежащего внутри двухфазной области  $\alpha + \beta$  (т. е. для сплава ниже линии  $DF$ ).

Состав твёрдого раствора  $\alpha$  изменяется по кривой  $3 - F$ , вследствие выделения кристаллов  $\beta$  концентрации  $G$ . Количество кристаллов  $\beta$  при охлаждении увеличивается. Количество кристаллов  $\beta$ , выделившихся из сплава  $I$ , характеризуется отрезком от вертикали  $I$  до линии  $3 - F$ .

Кривая охлаждения этого сплава и схемы структур при различных температурах показаны на рис. 68.

Кристаллы  $\beta$ , выделившиеся из твёрдого раствора, называются вторичными кристаллами и часто обозначаются символом  $\beta_{II}$  в отличие от первичных  $\beta$ -кристаллов ( $\beta_I$ ), выделяющихся из жидкости. Процесс выделения вторичных кристаллов из твёрдой фазы носит название вторичной кристаллизации в отличие от процесса первичной кристаллизации, когда кристаллы (первичные) образуются в жидкой фазе.

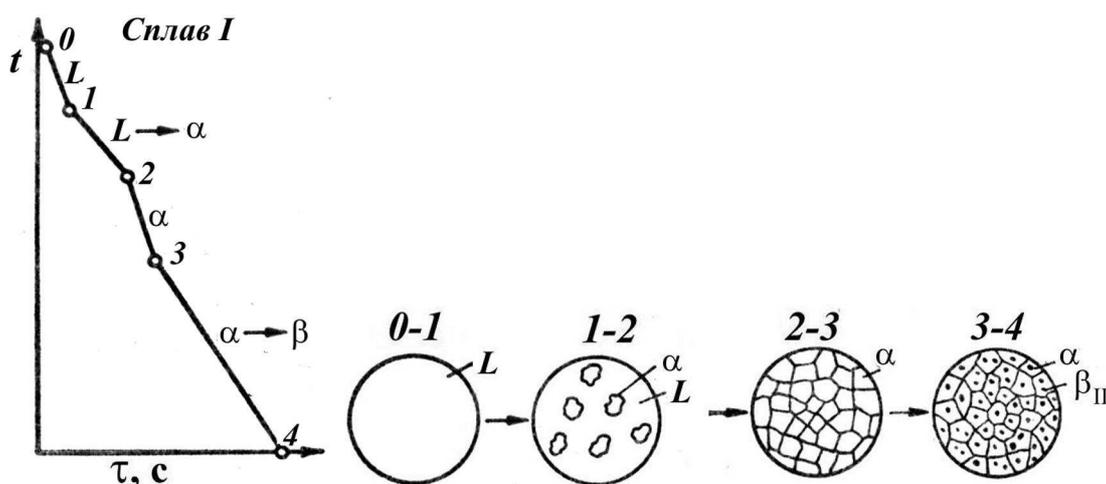


Рис. 68. Кривая охлаждения и схемы структур сплава  $I$

Нужно отметить, что сплав, концентрация которого лежит левее точки  $F$ , не будет иметь вторичных выделений  $\beta$ -кристаллов, так как линия  $CG$  в отличие от линии  $FD$  изображена на рис. 67 вертикальной, т. е. растворимость компонента  $A$  в компоненте  $B$  не зависит от температуры, то вторичных выделений  $\alpha$ -кристаллов нет, но они

были бы, если бы линия  $CG$  была наклонена вправо, т. е. растворимость уменьшалась бы с понижением температуры.

Точка  $D$  для твердого раствора  $\alpha$  показывает максимальную растворимость компонента  $B$  в компоненте  $A$  при наиболее благоприятных условиях.

**Кристаллизация сплава II.** При кристаллизации этого сплава, в отличие от предыдущего, при достижении горизонтальной линии  $DEC$  наступает инвариантная реакция. В равновесии находятся три фазы – жидкость  $L$ ,  $\alpha$ -кристаллы состава точки  $D$  и  $\beta$ -кристаллы состава точки  $C$ . Введем условную запись: индекс возле символа, обозначающего фазу, показывает состав фазы. Например,  $\alpha_D$  означает твердый раствор  $\alpha$  состава точки  $D$ . По достижении температуры, соответствующей горизонтали  $DEC$ , наступает эвтектическая реакция – из жидкости выделяются кристаллы обоих твердых растворов:  $L_E \rightarrow \alpha_D + \beta_C$ . Реакция эта инвариантна, так как при двух компонентах в реакции участвуют три фазы ( $c = k - f + 1 = 2 - 3 + 1 = 0$ ).

Все три фазы, участвующие в реакции, имеют определенные составы (проекции точек  $E$ ,  $D$  и  $C$ ) и температура их превращения постоянна.

В результате кристаллизации сплава II, кроме первичных (выделившихся при охлаждении от точки 1 до точки 2) кристаллов  $\alpha$ , образуется еще эвтектика  $\alpha + \beta$ .

При дальнейшем охлаждении вследствие изменения растворимости  $\alpha$ -кристаллы выделяют вторичные кристаллы  $\beta_{II}$  и при нормальной температуре  $\alpha$ -кристаллы (как первичные, так и входящие в эвтектику) будут иметь состав, отвечающий точке  $F$ .

Кривая охлаждения сплава II и структуры этого сплава показана на рис. 69.

Выделение вторичных кристаллов из эвтектических составляющих обычно не обнаруживается при микроскопическом исследовании, так как вторичные выделения объединяются с такой же (одноименной) фазой эвтектики.

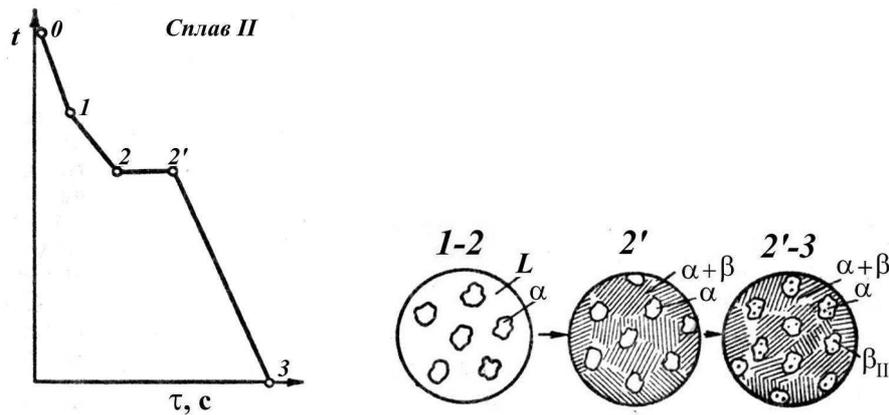


Рис. 69. Кривая охлаждения и схемы структур сплава II

Несмотря на многообразие структурных составляющих, окончательно охлажденный сплав содержит только две фазы  $\alpha$  и  $\beta$ , и правило фаз, если его применить ниже линии  $DE$ , покажет все количество  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз независимо от того, в какой структурной форме они находятся.

**Диаграмма с перитектикой.** При эвтектическом превращении жидкость кристаллизуется с образованием двух твердых фаз. Возможен и другой тип невариантного превращения (трехфазного равновесия), когда жидкость реагирует с ранее выпавшими кристаллами и образует новый вид кристаллов  $L + \beta \rightarrow \alpha$ .

Реакция подобного типа называется перитектической.

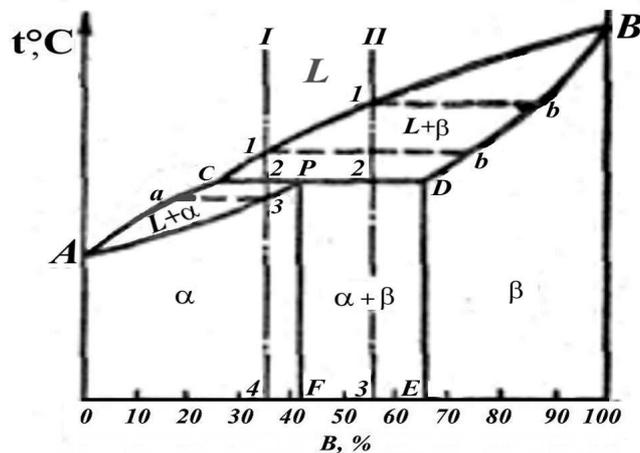


Рис. 70. Диаграмма состояния для сплавов с ограниченной растворимостью в твердом состоянии с перитектикой

Диаграмма с перитектическим превращением показана на рис. 70. На диаграмме показаны три однофазные области: жидкость  $L$  и ограниченные твердые растворы  $\beta$  и  $\alpha$ .

Линия  $ABC$  является линией ликвидус, линия  $APDB$  – линией солидус.

**Кристаллизация сплава I.** Кристаллизация начинается в точке  $I$  (рис. 71), когда из жидкости выпадают кристаллы  $\beta$ -раствора состава точки  $\beta$ .

Затем по мере снижения температуры жидкость меняет свою концентрацию по линии ликвидус от точки  $I$  до точки  $C$ , а кристаллы  $\beta$  – по линии солидус от точки  $\beta$  до точки  $D$ . По достижении перитектической горизонтали  $CPD$  состав жидкости будет отвечать точке  $C$ , а состав кристаллов – точке  $D$ . Эти обе фазы реагируют и дают третью фазу –  $\alpha$ , концентрация которой определяется точкой  $P$  – третьей точкой на горизонтали.

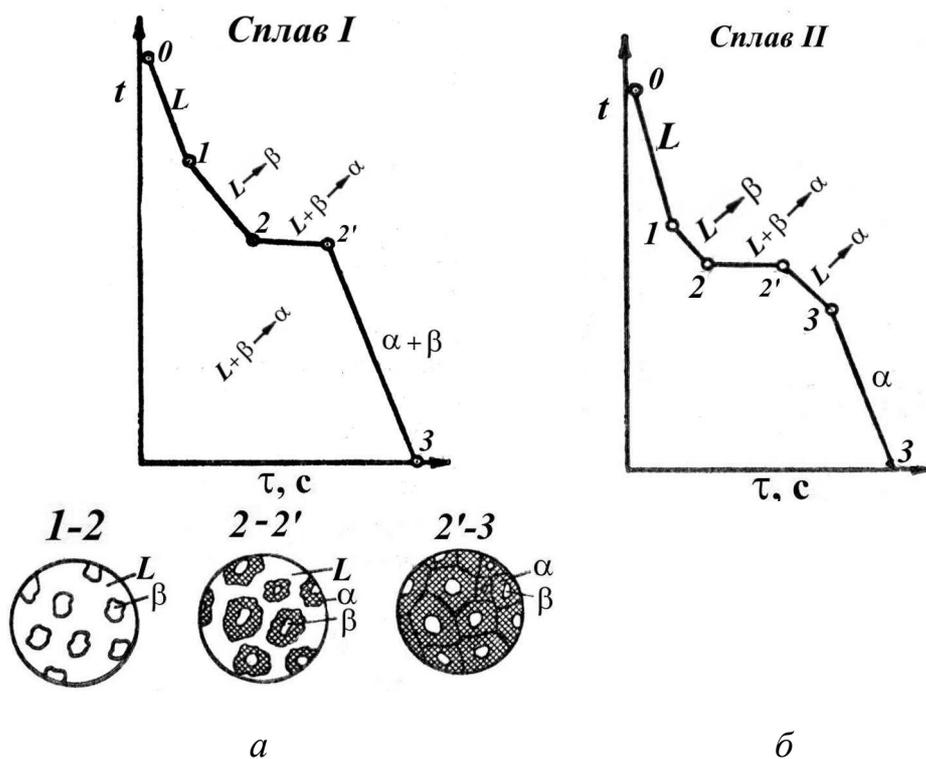
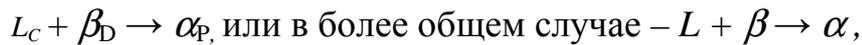


Рис. 71. Кривые охлаждения сплавов после окончания перитектической реакции, в которых в избытке остаются:  
 а – твердый раствор; б – жидкая фаза

Перитектическая реакция изображается следующим образом:



так как точки  $D$  и  $P$  показывают предельную концентрацию твердых растворов  $\beta$  и  $\alpha$  (для простоты линии предельной растворимости даны вертикальными).

Количественное соотношение фаз при перитектической реакции, необходимое для образования  $\alpha$ -фазы, определяется по правилу отрезков соотношением:

$$\frac{\text{Количество } \beta}{\text{Количество } L} = \frac{CP}{PD}.$$

В рассматриваемом же сплаве количество участвующих в перитектической реакции кристаллов  $\beta$  и жидкости определяется соотношением:

$$\frac{\text{Количество } \beta}{\text{Количество } L} = \frac{C2}{2D},$$

т. е. в данном сплаве имеется избыток  $\beta$ -фазы по сравнению с тем количеством, которое необходимо для образования  $\alpha$ -кристаллов. Поэтому по окончании реакции в избытке остаются  $\beta$ -кристаллы. Следовательно, в структуре будут продукты перитектической реакции (т. е.  $\alpha$ -кристаллы) и оставшиеся избыточные первичные  $\beta$ -кристаллы. Чем ближе точка 2 лежит к точке  $P$ , тем меньше в реакции остается избыточных  $\beta$ -кристаллов.

Для сплава, отвечающего по концентрации точке  $P$ , соотношение реагирующих при перитектическом превращении жидкости и  $\beta$ -кристаллов таково, что оно как раз достаточно для образования  $\alpha$ -кристаллов предельной концентрации.

На рис. 71, а показана кривая охлаждения сплава  $I$ ; отдельные моменты кристаллизации показаны на схемах структур. Для перитектической кристаллизации (средняя схема) характерно то, что новая  $\alpha$ -фаза появляется на границе реагирующей друг с другом жидкости и  $\beta$ -кристаллов. Для сплава  $I$  перитектической реакцией заканчивается процесс кристаллизации.

**Кристаллизация сплава II** (рис. 71, б). Отличие кристаллизации этого сплава от кристаллизации сплава  $I$  состоит в том, что при перитектической температуре имеется избыток жидкой фазы по сравнению с тем количеством, которое необходимо для

образования  $\alpha$ -кристаллов концентрации  $P$ . Поэтому перитектическое превращение заканчивается исчерпанием  $\beta$ -твердого раствора, и оставшаяся жидкость в интервале между точками  $2' - 3$  кристаллизуется в  $\alpha$ -фазу. При этом концентрация жидкости изменяется по кривой  $C - a$ , а концентрация образующихся  $\alpha$ -кристаллов – по кривой  $P - 3$ .

### 3.4. Диаграммы состояния для сплавов, образующих химические соединения (IV рода)

Химическое соединение, как было указано выше, характеризуется определенным соотношением компонентов, а это отражается на диаграмме вертикальной линией, проходящей по оси абсцисс через точку, отвечающую соотношению компонентов в химическом соединении. Если компоненты  $A$  и  $B$  образуют химическое соединение  $A_nB_m$ , то, следовательно, на  $n + m$  его атомов приходится  $n$  атомов компонента  $A$  и  $m$  атомов компонента  $B$ . Определенному атомному соотношению соответствует и определенное соотношение по массе.

Химическое соединение устойчиво, если его можно нагреть без разложения до расплавления, и неустойчиво, если при нагреве оно разлагается. В зависимости от этого могут быть два вида диаграмм. Кроме того, возможно образование нескольких химических соединений между двумя компонентами, а также растворимость на базе химического соединения – эти обстоятельства также находят отражение на диаграмме состояния.

**Диаграмма с устойчивым химическим соединением.** Предположим, что оба компонента образуют одно устойчивое соединение  $A_nB_m$ , причем и это соединение, и чистые компоненты не образуют в твердом состоянии растворов.

Компонентами системы являются вещества  $A$  и  $B$ , а твердыми фазами –  $A$ ,  $A_nB_m$  и  $B$ . Из четырех возможных в этой системе фаз могут существовать три:  $L, A, A_nB_m$  или  $L, B, A_nB_m$ .

Это химическое соединение устойчиво, поэтому оно может быть нагрето без разложения до своей температуры плавления (точка  $C$ ). Химическое соединение плавится при постоянной температуре. Плавление химического соединения при постоянной температуре вполне соответствует правилу фаз. Химическое соединение можно

рассматривать как однокомпонентную систему (один компонент – химическое соединение), тогда при плавлении  $c = k - f + 1 = 1 - 2 + 1 = 0$ .

На рис. 72 показана диаграмма состояния с устойчивым химическим соединением  $A_nB_m$ .

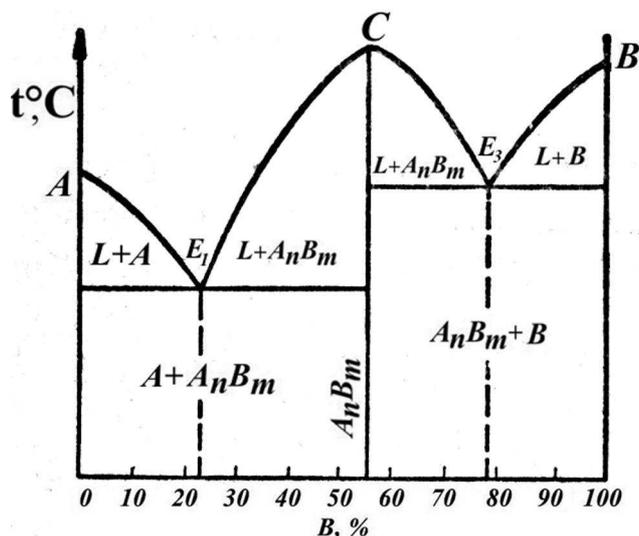


Рис. 72. Диаграмма состояния с устойчивым химическим соединением

Точка  $C$  соответствует температуре плавления этого химического соединения. На диаграмме имеются две эвтектические точки  $E_1$  и  $E_2$ . Эвтектика  $E_1$  представляет собой смесь кристаллов компонента  $A$  и химического соединения, а эвтектика  $E_2$  – кристаллов  $B$  и химического соединения. Соответствующими реакциями образования эвтектических смесей являются:



На линиях  $E_1C$  и  $CE_2$  выделяются первичные кристаллы химического соединения. Следовательно, заэвтектические сплавы в отношении эвтектики  $E_1$  и доэвтектические сплавы в отношении эвтектики  $E_2$  в твердом состоянии состоят из первичных кристаллов  $A_nB_m$  и эвтектики  $E_1$  и  $E_2$ .

Кристаллизация сплавов по этой диаграмме осуществляется аналогично кристаллизации сплавов, образующих механическую смесь кристаллов чистых компонентов. Отличие состоит только в том, что, кроме выделения кристаллов чистых компонентов  $A$  и  $B$ , происходит еще образование кристаллов химического соединения.

Таким образом, диаграмма с химическим соединением представляет собой как бы представленные одна к другой две простые диаграммы. Можно разделить такую диаграмму на две части по вертикали, соответствующей химическому соединению, и изучать каждую часть диаграммы отдельно.

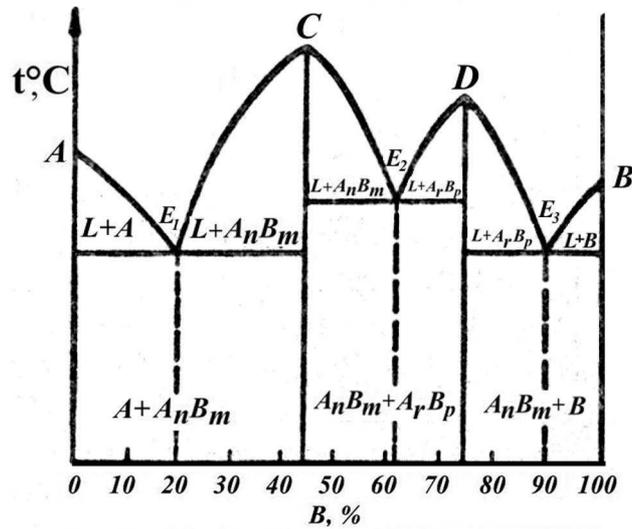


Рис. 73. Диаграмма состояния с двумя устойчивыми химическими соединениями

Если компоненты  $A$  и  $B$  образуют между собой два или больше химических соединений, то такая диаграмма представляет собой диаграмму, составленную из трех, четырех и т.д. простых диаграмм сплавов механических смесей (рис. 73).

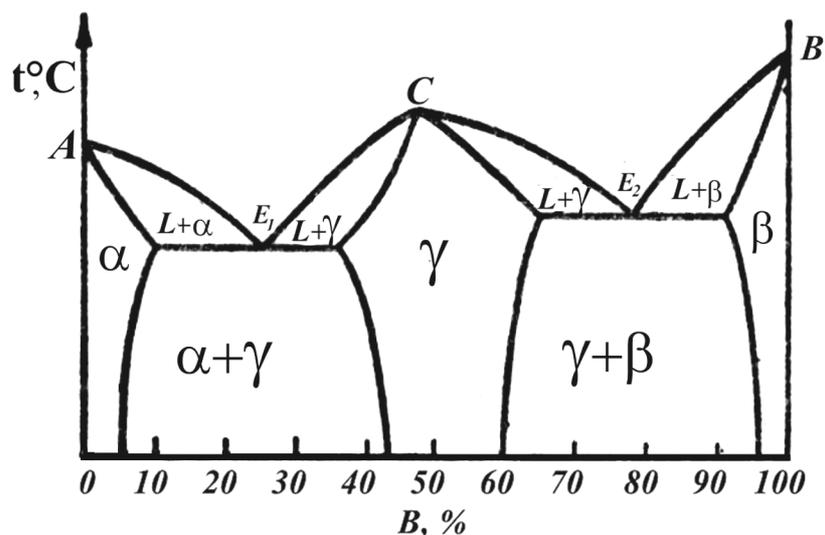


Рис. 74. Диаграмма с ограниченными твердыми растворами на базе химического соединения

Если же компоненты в твердом состоянии образуют ограниченные растворы на базе химического соединения, то на диаграмме состояния это отмечается областями существования соответствующих твердых растворов.

На рис. 74 изображена такая диаграмма, где  $\alpha$ - и  $\beta$ -твердые растворы на базе чистых компонентов, а  $\gamma$ -твердый раствор на базе химического соединения  $A_nB_m$ . Нетрудно заметить, что если диаграмма на рис. 72 представляет собой сдвоенную диаграмму сплавов – смесей из чистых компонентов, то диаграмма, приведенная на рис. 74, представляет сдвоенную диаграмму сплавов – смесей из твердых растворов.

**Диаграмма состояния с неустойчивым химическим соединением.** В отличие от диаграммы с устойчивым химическим соединением на рис. 75 приведена диаграмма состояний, где два компонента образуют неустойчивое химическое соединение, которое при нагреве до определенной температуры ( $t_1$ ) разлагается на жидкость и один из компонентов, т. е. не расплавляется полностью.

На линии  $DCF$  находятся в равновесии три фазы: жидкость концентрации  $D$ , кристаллы компонента  $B$  и кристаллы химического соединения  $A_nB_m$ .

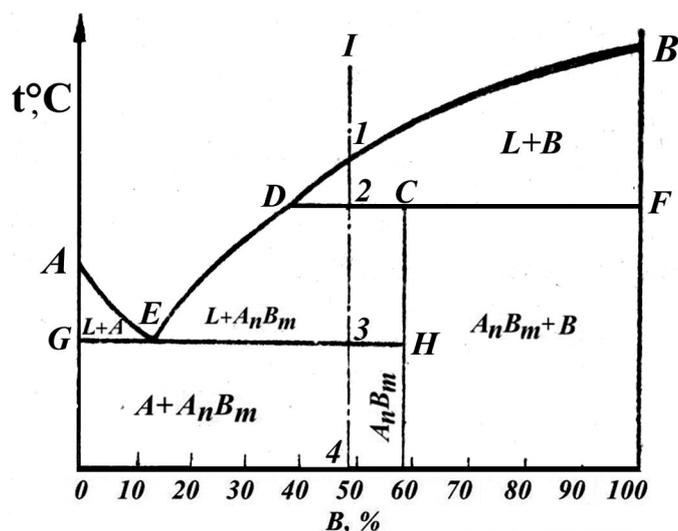


Рис. 75. Диаграмма состояния с неустойчивым химическим соединением

При нагреве неустойчивое химическое соединение  $A_nB_m$  распадается на жидкость концентрации  $D$  и кристаллы  $B$ . При охлаждении, следовательно, произойдет обратная реакция:

Реакция эта подобна перитектической: жидкость реагирует с ранее выпавшими кристаллами, но образует не новый твердый раствор, как в случае перитектической реакции, а химическое соединение.

Процесс кристаллизации сплава  $I$  в равновесных условиях будет протекать следующим образом. В точке  $I$  начинается кристаллизация, выпадают кристаллы  $B$ , и концентрация жидкости изменяется по кривой  $I - D$ . В точке  $2$  при постоянной температуре образуется неустойчивое химическое соединение по уравнению, приведенному выше. По окончании реакции в избытке остается жидкость, которая кристаллизуется с выделением соединения  $A_nB_m$  до тех пор, пока концентрация жидкости не достигнет точки  $E$ . Тогда оставшаяся жидкость кристаллизуется в эвтектику, состоящую из кристаллов  $A$  и химического соединения. Следовательно, на кривой будем иметь две площадки: верхнюю, соответствующую образованию неустойчивого химического соединения, и нижнюю, соответствующую образованию эвтектики  $A + A_nB_m$ .

### Порядок выполнения работы

Для наблюдения процесса кристаллизации следует предварительно подготовить бинокулярный микроскоп и препараты.

Для этого на предметное стекло нанести каплю воды, при этом отражательное зеркало микроскопа установить так, чтобы свет падал на объектив микроскопа. Изображение капли воды должно быть четким. Увеличение микроскопа – 10–12 раз.

### **Опыт 1**

Стеклянной палочкой нанести на предметное стекло каплю раствора азотнокислого свинца, подогретого до 50-60°C. Для ускорения процесса кристаллизации следует каплю делать плоской и тонкой.

Наблюдая процесс кристаллизации, зарисовать структуру капли после затвердевания.

Процесс кристаллизации начинается у краев капли с образования мелких зерен, затем перпендикулярно оси растут крупные столбчатые зерна. В центральной зоне образуются беспорядочно ориентированные крупные кристаллы, имеющие форму дендритов.

Данный опыт имитирует строение стального слитка по сечению.

### **Опыт 2**

Подогреть на электроплитке раствор медного купороса до 60°C, поставить на асбестовую подставку, нанести каплю раствора на предметное стекло и, наблюдая в микроскоп, зарисовать процесс кристаллизации.

Повторить то же после охлаждения раствора до 50°C и 40°C. Обратит внимание на то, что количество возникающих кристаллитов и их размер в трех каплях различны. Данный опыт позволяет изучить влияние степени переохлаждения на процесс затвердевания.

Каждой температуре присвоить определенное значение степени переохлаждения (60°C –  $\Delta T_1$ , 50°C –  $\Delta T_2$ , 40°C –  $\Delta T_3$ ). Считать аналогичными величины степени переохлаждения ( $\Delta T$ ) и степени пресыщения раствора.

По результатам исследований написать отчет по работе.

## **Содержание отчета**

Отчет по работе должен включать:

- описание цели и методики проведения исследований;
- кривые зависимости числа зародышей и скорости роста кристаллов от степени переохлаждения с пояснениями к ним;
- перечислить основные факторы, влияющие на размер зерна, а также на зависимость механических свойств от размера зерна;
- привести описание особенностей структуры затвердевшей капли азотнокислого свинца по сечению (три зоны) с пояснениями;
- объяснить различия в протекании процесса кристаллизации капель медного купороса для разных условий опыта; величины  $\Delta T_1$ ,  $\Delta T_2$ ,  $\Delta T_3$  нанести на график зависимости числа зародышей и скорости роста кристаллов от степени переохлаждения.

### Контрольные вопросы

1. Идеальная кристаллическая решетка.
2. Дефекты кристаллического строения.
3. Что такое ближний порядок?
4. Почему и как происходит изменение строения веществ?
5. От чего зависит и чем характеризуется энергетическое состояние системы?
6. Что такое термодинамический потенциал (свободная энергия) системы?
7. Куда расходуется изменение свободной энергии (термодинамического потенциала)?
8. Как изменяется термодинамический потенциал (свободная энергия) с повышением температуры?
9. Каким термодинамическим потенциалом (свободной энергией) обладает энергетически более устойчивая система?
10. При какой температуре более устойчиво жидкое состояние?
11. Что такое первичная и вторичная кристаллизация?
12. Расскажите, что такое кристаллизация.
13. Объясните, что такое перекристаллизация.
14. С чего начинается процесс кристаллизации?
15. Какую температуру называют фактической температурой кристаллизации?
16. Что такое переохлаждение?
17. Какой металл более склонен к переохлаждению?

18. Что такое перенагревание?
19. Расскажите, что такое фазовая флуктуация.
20. Когда гетерогенные флуктуации превращаются в зародыши?
21. Какой зародыш является устойчивым?
22. Что такое критический зародыш?
23. Объясните, что такое кристаллиты, или зерна.
24. Как влияют на процесс кристаллизации неметаллические включения и вводимые оксиды?
25. Перечислите факторы, от которых зависит скорость процесса кристаллизации.
26. Можно ли регулировать размеры зерен изменением скорости охлаждения?
27. Как можно управлять процессом кристаллизации?
28. Для чего необходимо управлять процессом кристаллизации?
29. Что такое модифицирование?
30. Когда выше пластичность металла?
31. Что общего и в чем отличие процессов кристаллизации чистых металлов и сплавов?
32. Расскажите, что такое сплав.
33. Что может быть компонентом сплавов?
34. Виды сплавов по типу взаимодействия компонентов.
35. Какие системы относятся к однофазным?
36. Диаграмма состояния для сплавов, образующих механические смеси из чистых компонентов.
37. Диаграмма состояния для двойных сплавов, компоненты которой образуют между собой твердые растворы с неограниченной растворимостью.
38. Диаграмма состояния двойных сплавов, компоненты которой образуют между собой твердые растворы с ограниченной растворимостью (случай с эвтектикой).
39. Диаграмма состояния двойных сплавов, компоненты которой образуют между собой твердые растворы с ограниченной растворимостью (случай с перитектикой).
40. Диаграмма состояния двойных сплавов, компоненты которой образуют устойчивое химическое соединение.
41. Диаграмма состояния двойных сплавов, компоненты которой образуют неустойчивое химическое соединение.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	3
Предисловие .....	4
Лабораторная работа № 1. Методология исследования материалов .....	5
Лабораторная работа № 2. Определение твердости металлов....	13
Лабораторная работа № 3. Определение микротвердости металлов.....	27
Лабораторная работа № 4. Макроструктурный анализ металлов и сплавов.....	52
Лабораторная работа № 5. Микроструктурный анализ .....	77
Лабораторная работа № 6. Изучение процесса кристаллизации.....	97

## Содержание

Введение.....	3
Раздел 1 «Физико-химические методы исследования».....	4
Лабораторная работа №1. Методология исследования материалов.....	4
Лабораторная работа №2. Определение твердости металлов.....	13
Лабораторная работа №3. Определение микротвердости металлов.....	27
Лабораторная работа №4. Макроструктурный анализ металлов и сплавов.....	48
Лабораторная работа №5. Микроструктурный анализ.....	73
Раздел 2 «Изучение процесса кристаллизации».....	93
Лабораторная работа №6. Изучение процесса кристаллизации.....	93