

Министерство высшего и среднего специального образования
БССР

БЕЛОРУССКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ИМЕНИ С.М.КИРОВА

Кафедра материаловедения и технологии металлов

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО КУРСУ "МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ"

для студентов спец. 0516,0519,0562

Часть IV

Библиотека БГУ



0000000055250b

Минск 1987

Библиотечная марка №1

УДК 621.7:669.017

Рассмотрены и рекомендованы к изданию Редакционно-издательским советом института.

Составители: Н.А.Свидуневич,
Ж.М.Урбанек,
А.И.Гарост.

Научный редактор А.Ф.Дулевич,
доцент.

Рецензент В.И.Борд, доцент кафедр
ры деталей машин и ПТУ.

По тематическому плану внутривузовских изданий учебно-методической литературы на 1987 год. Поз. 21.

Для студ. спец. 0516 "Машины и аппараты химических производств", 0519 "Машины и механизмы лесной и деревообрабатывающей промышленности", 0562 "Механическое оборудование предприятий строительных материалов, изделий и конструкций".

© Белорус. ордена Трудового
Красного Знамени технол.
ин-т им. С.М.Кирова, 1987.

ВВЕДЕНИЕ

Программа курса "Материаловедение" предусматривает проведение комплекса лабораторных работ. В лабораторном практикуме изложено содержание работ по следующим разделам: кристаллическое строение металлов, формирование структуры металла при кристаллизации, строение сплавов, диаграммы состояния.

Порядок и правила выполнения лабораторных работ следующие.

На предшествующем занятии или на лекции преподаватель сообщает тему очередной лабораторной работы. Студенты до начала проведения занятия самостоятельно знакомятся с общими сведениями по работе, используя настоящий практикум или другие материалы, рекомендованные преподавателем.

В начале занятия дежурный должен получить у лаборанта необходимые для проведения работы материалы, инструменты, приспособления. По окончании работы дежурный собирает все материалы, инструменты, приспособления и возвращает лаборанту.

Каждый студент должен представить преподавателю к следующему занятию отчет о выполненной работе. В отчет входят: краткое изложение цели работы, методов выполнения отдельных её этапов; описание аппаратуры и приспособлений, применяемых при выполнении работы; таблицы и графики с полученными результатами, а также их описание, другие материалы по указанию преподавателя.

Лабораторные работы могут выполняться бригадами по 2-3 человека. Обработка экспериментальных данных осуществляется каждым студентом самостоятельно с оформлением индивидуально-го отчета.

Лабораторная работа № I МАКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

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

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

Задания. 1. Ознакомиться с методикой приготовления и травления макрошлифов. 2. Изучить коллекцию изломов, макро-

шлифов и сварных швов. 3. Изучить основные дефекты, наблюдаемые в металле. 4. Выяснить причины возникновения дефектов и меры по их предотвращению или устранению. 5. Исследовать макроструктуру сварного шва и дать заключение о качестве сварки. 6. Написать отчет по работе.

I. Общие сведения

Качество металлов и сплавов, т.е. пригодность их для изготовления конкретных деталей, устанавливают определением механических (твердость, прочность, пластичность, сопротивление разрушению), физических (плотность, электро- и теплопроводность, намагничиваемость), химических (окисляемость), технологических (закаливаемость, свариваемость, деформируемость, обрабатываемость) свойств и исследованием их строения (структуры), которое зависит от состава, процесса получения и последующей обработки. Многочисленные способы изучения кристаллического строения подразделяют на методы, определяющие внутреннее строение и внешние формы кристаллов.

Внутреннее строение кристаллов (расположение атомов в кристаллической решетке) изучают рентгеноструктурным анализом, а размеры, форму и взаимное расположение кристаллов (структуру) - металлографическим - с помощью микроскопа (микрoанализ) и невооруженным глазом или с помощью лупы (макроанализ).

I.I. Макроструктурный анализ

Исследование строения металлов и сплавов невооруженным глазом или при небольших увеличениях (до 30 раз) с помощью лупы называется макроструктурным анализом (макроанализом), а определяемое им строение - макроструктурой.

Макроанализом выявляют общее строение, поверхностные и внутренние дефекты металла после различных видов обработки (литья, давления, сварки, термической и химико-термической), 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 (ликва-

цию и грубые инородные включения в литом металле);

в) волокнистую структуру деформированного металла;

г) прокаливаемость, структурную и химическую неоднородность после термической, термохимической 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.

а) Исследование металлических поверхностей

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

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.1).

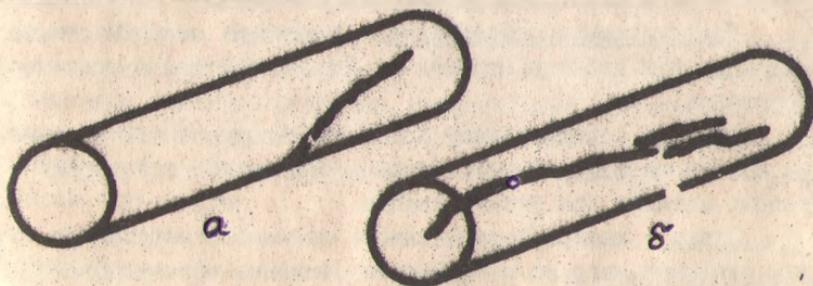


Рис. 1. Схема трещин напряжения на прутках стали: а-единичная трещина, б-прерывистая продольная трещина.

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, образующихся при шлифовании или резке абразивными кругами металла, обладающего высокой твердостью, хрупкостью и малой теплопроводностью.



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

Рис. 2. Схема прутка стали с сеткой шлифовочных трещин.

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 вследствие выделения избытка газов при кристаллизации и роста газовых раковин на поверхности раздела металл-форма.

Поверхностные повреждения - искажения поверхности, возникающие 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 самостягивающегося металлического или окисного слоя на поверхности отливки, образующегося при недостаточно спокойной заливке. При горячей деформации плена вытягивается и может иметь 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 его пластичности (рис. 3).



Рис. 3. Схема рванин на прутке стали.

Деформация (раскатка, ковка) заготовок с рванинами приводит к образованию на поверхности групповых дефектов, называемых прокатными пленами, - отслоений металла языкообразной формы, соединенных с основным металлом (рис. 4). Нижняя поверхность плен и металл под ней покрыты окалиной.

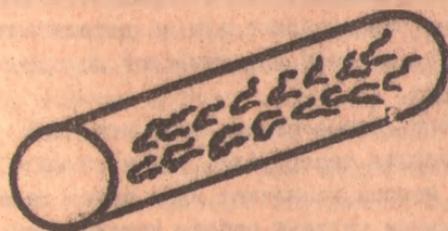


Рис. 4. Схема прокатных плен на прутке.

б) Изучение изломов металла

Для оценки качества металла важно знать не только величину сопротивления его разрушению, но и характер разрушения, который определяют изучением полученных поверхностей.

Излом (поверхность, по 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.

Для изучения изломов образцы, вырезанные в поперечном или в продольном направлении (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 и усталостные.

Вязкий излом (волоknистый) 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 её обычно заблаговременно обнаруживают или же деталь выходит из строя вследствие чрезмерной пластической деформации еще до полного разрушения.

Возникновение 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 излом (кристаллический) возникает 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) виден определенный рисунок (рельеф). Как правило, это или складчатый рисунок в виде расходящихся лучей, или характерный ручьевидный узор от сливающихся в единый "поток" отдельных микротрещин.

Межзеренное разрушение в общем случае является малопластичным. Наиболее очевидный признак его заключается в наличии рельефа, соответствующего границе зерен. Оно наблюдается, как правило, лишь вследствие охрупчивания границ зерен частицами хрупкой фазы, примесями. Примером экс-

эксплуатационного хрупкого разрушения, прошедшего по границам зерен, может быть возникновение трещин по поврежденным границам зерен в литом сплаве. Пониженная прочность и главным образом пластичность являются следствием наличия в структуре крупных выделений в виде цепочки по границам зерен карбидной и карбонитридной фаз, 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 эксплуатационных 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; встречаются 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 (микropорах на стыках зерен и т.д.) и вызывает в металле образование очень тонких трещин.

Каковы основные показатели, которые позволяют отнести разрушение к хрупкому или вязкому типу?

Для хрупкого разрушения (рис. 5а) 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. 5б) характерны тупая, раскрывающаяся тре-

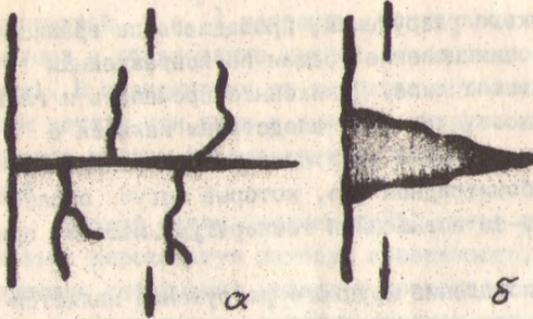


Рис. 5. Вид хрупкой (а) и вязкой (б) трещин.

щина с малой скоростью распространения и значительной пластической деформацией металла при ее продвижении, чашечное строение излома. Чашечный излом - результат пластической деформации, вызванной движением тупой трещины.

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 часты случаи смешанных разрушений, где фраттографически (т.е. изучением поверхности излома) можно определить долю того или другого вида.

Усталостные изломы (рис. 6) имеют признаки, отличающие их от изломов другого рода. Фокус излома 1 - малая локальная зона, близкая к точке, в которой возникает зародышевая (начальная) макроскопическая трещина усталости и откуда начинается её развитие. Очаг разрушения 2 - малая зона, прилегающая к фокусу излома и соответствующая объему, в котором располагалась начальная трещина усталости. Очаг разрушения характеризуется наибольшим блеском и наиболее гладкой поверхностью.

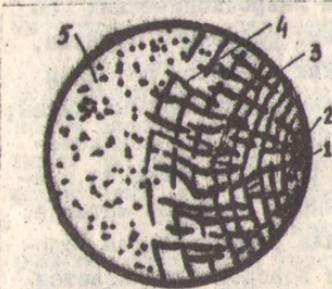


Рис. 6. Схема усталостного излома вала.

Линии усталости на поверхности очага разрушения обычно отсутствуют. В зоне избирательного развития трещины 3 от очага разрушения, как из центра, расходятся линии усталости 4 - следы фронта продвижения трещины. Зона долома 5 образуется на последней стадии разрушения и обладает признаками хрупкого разрушения.

Линии усталости на поверхности очага разрушения обычно отсутствуют. В зоне избирательного развития трещины 3 от очага разрушения, как из центра, расходятся линии усталости 4 - следы фронта продвижения трещины. Зона долома 5 образуется на последней стадии разрушения и обладает признаками хрупкого разрушения.

Анализ усталостного излома очень важен для установления причин поломки деталей при эксплуатации. По усталостным поломкам выявляют очаг разрушения и анализируют роль конструктивных, технологических и эксплуатационных факторов в разрушении.

Дефектное состояние различных материалов проявляется в возникновении специфических хрупких изломов, таких как нафталинистый, камневидный, шиферный, черный.

Шиферным (слоистым) называют продольный древесный излом деформированной стали, характеризующийся грубоволокнистым строением с обрывами групп волокон. Шиферное строение излома стали связано с наличием в ней неметаллических включений, дендритной ликвации и газов (в особенности водорода). Диффузионный отжиг, выравнивая состав стали, может уменьшить шиферность, если причиной не являются неметаллические включения.

В зависимости от степени перегрева стали под обработку давлением различают нафталинистый, камневидный и черный излом.

Нафталинистый - излом, проходящий по телу крупных зерен (по кристаллографическим плоскостям) и отличающийся характерным блеском, похожим на блеск кристаллов нафталина. Нафталинистый излом возникает в результате перегрева, когда появляются крупные зерна аустенита с определенной текстурой, которая наследуется продуктами распада (мартенситом, бейнитом, перлитом) при последующем охлаждении, т.е. излом идет по кристаллографическим направлениям, связанным с текстурой бывших аустенитных зерен. Наиболее часто встречается после повторной закалки (особенно в перегретой стали) без промежуточного отжига. Исправляется отжигом.

Камневидным называют излом, имеющий матовый оттенок, проходящий по границам зерен и выявляющий их огранку. Причина появления - длительный перегрев при 1250-1350°C. Наблюдается после высокотемпературного нагрева (выше 1250°C) деформированного металла, содержащего много серы при низком содержании марганца (до 0,10%). Различают первичный камневидный излом, наблюдаемый непосредственно после перегрева и охлаждения, и устойчивый - встречающийся после перегрева и последующей термической обработки (нормализации, закалки с

отпуском и др.). Камневидный излом трудно исправить.

Черный - излом темно-серого цвета, связанный с присутствием выделений графита; встречается обычно в высокоуглеродистой стали, легированной кремнием. Черный излом исправлению не подлежит.

в) Изучение макрошлифов

Макрошлиф - специальный образец, вырезанный в определенном месте детали (заготовки), имеющий плоскую шлифованную поверхность, протравленную специальным реактивом. Составы металлографических реактивов и технология 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. 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 разливки стали (сверху или сифоном), температуры разливки, 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. 7).

Наименее вредная неглубокая усадочная раковина получается в изложнице, расширяющейся кверху I, а наиболее вредная, распространяющаяся на большую глубину, - в расширяющейся книзу II. Чтобы получить качественный слиток с усадочной раковинной в самой верхней части, обычно изложницу делают расширяющейся кверху III и на верхнюю ее часть устанавливают прибыльную надставку (металлический кожух, выложенный внутри огнеупором), жидкий металл в которой долго не кристаллизуется и обеспечивает подпитку стали при кристаллизации.

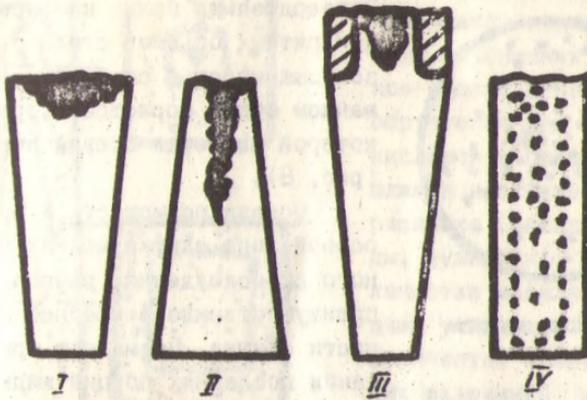


Рис. 7. Схема влияния формы изложницы на расположение усадочной раковины.

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, растворимыми 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 газовых пузырей и раковин III. Недостаточно раскисленная, так называемая, кипящая сталь содержит раковины и пузыри во всем объеме IV.

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 называют 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 образованием

там свищей, что приводит к его вспучиванию, т.е. раслости слитка.

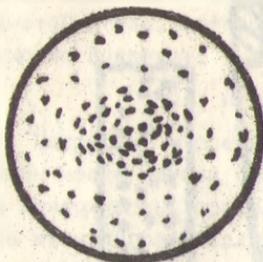


Рис. 8. Пористость слитка.

Затвердевание малых изолированных междендритных объемов стали с высокой газонасыщенностью сопровождается образованием общей пористости, разновидностью которой является осевая пористость (рис. 8).

Осевая пористость - присутствие 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.

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 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 (рис. 9).

Наиболее склонны к ликвации сера, фосфор, углерод. Сера и фосфор - вредные примеси, поэтому очень важно знать распределение их в металле. Качественно ликвацию серы в металле оценивают методом Баумана по отпечатку макрошлифа на фотобумаге (предварительно смочив фотобумагу 3%-ным водным раствором серной кислоты и плотно приложив эмульсионной стороной к исследуемой поверхности). Наличие на фотобумаге темных включений H_2S укажет форму и характер распределения сульфидов (серы) по сечению.

Неметаллические включения - примеси, не растворимые в расплавленном металле и присутствующие в нем в виде посто-

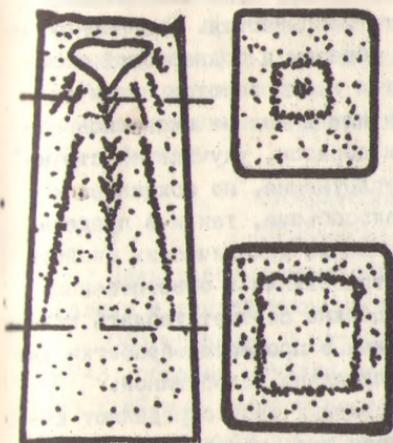


Рис. 9. Фигурная и осевая ликвации.

полос или скоплений; при деформировании металла вытягиваются вдоль направления деформации и образуют нитевидные дефекты, называемые полосовинами.

Микроанализом устанавливают относительное распределение в объеме слитка зоны столбчатых и равноосных кристаллов, расположение волокон металла в деталях.

В зоне столбчатых кристаллов (рис. 10) 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. Для устранения транскристаллизации необходимо замедленное охлаждение слитка с целью образования зоны равноосных кристаллов.



Рис. 10. Схема полной транскристаллизации слитка.

Форма первичных кристаллов (дендритов) после горячей обработки давлением резко изменяется: дендри-

ты вытягиваются вдоль направления течения металла и превращаются в волокна. Неметаллические включения, расположенные

ронных, 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

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

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

2. 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 заключение о качестве сварки и надежности сварного шва, исследовав макроструктуру наплавленного металла.

Составить отчет по работе.

3. 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.

К о н т р о л ь н ы е в о п р о с ы

1. Какие задачи решает макроструктурный анализ? 2. Ка-

кие дефекты можно обнаружить при внешнем осмотре поверхности слитков, проката, поковок и деталей? Каковы причины их возникновения? 3. Чем обусловлены основные виды изломов? 4. Какие дефекты можно обнаружить на макрошлифах? Каковы причины их возникновения? Как предотвратить или устранить эти дефекты?

Лабораторная работа № 2 МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

Цель работы: ознакомление с методами микроскопического анализа и устройством металлографического микроскопа.

Оборудование и материалы: металлографический микроскоп ММУ-3; образец металла для приготовления микрошлифа; реактив (4%-ный раствор азотной кислоты в спирте); абразивная шкурка различной зернистости; взмученная в воде окись хрома; фильтровальная бумага.

Задания. 1. Приготовить и протравить микрошлиф. 2. Изучить устройство металлографического микроскопа, освоить приемы работы на нем. 3. Изучить микроструктуру образца. 4. Определить цену деления окуляр-микрометра. 5. Измерить величину зерна и определить его номер.

I. Общие сведения

Исследование строения и пороков металла при больших увеличениях с помощью микроскопа (оптического или электронного) на специально подготовленных образцах называется микроскопическим или микроструктурным анализом (микроанализом), а изучаемое строение (структура) металла – микроструктурой. Применяемые в настоящее время оптические микроскопы позволяют наблюдать и фотографировать структуру при увеличении до 2000–3000 раз, а электронные – до 200000 раз.

Микроструктурным анализом определяют количество, форму, размеры и распределение присутствующих фаз и включений, размер зерна, ликвационные области и микродефекты, что позволяет судить о качестве металла, его свойствах и предшествующей обработке (механической и термической).

Микроанализ включает три этапа: 1) приготовление шлифов – вырезка, шлифование и полирование; 2) травление шлифов – выявление структуры; 3) исследование микроструктуры под микроскопом.

I. I. Приготовление микрошлифов

Небольшой образец металла, имеющий особо подготовленную поверхность для исследования структуры под микроскопом, называется микрошлифом. Методы изготовления микрошлифа имеют решающее значение для проведения эффективного и правильного микроанализа. Прежде всего в зависимости от цели исследования, размеров и формы исследуемой детали определяют место вырезки и размеры образца; при этом исследуемый участок (например, трещина) должен попасть в образец, а для сравнения следует вырезать еще один образец из другого участка этой детали. При исследовании структуры всей детали обычно производят систематическую вырезку образцов, количество которых должно обеспечить возможность статистической обработки результатов.

Плоскость для исследования на выбранной поверхности шлифа получают механической обработкой (торцеванием, фрезерованием, опилованием, шлифованием) с обязательным охлаждением, не допуская нагрева, а затем ее вручную или на специальных станках шлифуют крупнозернистой шлифовальной шкуркой с постепенным переходом к мелкозернистой. Шлифование проводят в одном направлении до тех пор, пока не исчезнет рельеф от обработки шкуркой предыдущего номера (т.е. поворачивать образец на 90° можно только при переходе к шлифованию шкуркой другой зернистости). После шлифования для удаления остатков абразива шлиф промывают водой, а затем полируют до полного выравнивания и сглаживания плоскости на специальном полировальном станке, диск которого обтянут тканью (фетр, сукно, бархат). В качестве абразива применяют окислы железа, алюминия, хрома и т.д. с водой. Полирование заканчивают, когда поверхность шлифа приобретает зеркальный блеск и под микроскопом на ней не обнаруживают рисок или царапин. Готовый шлиф промывают водой (спиртом) и просушивают фильтровальной бумагой.

Механическая шлифовка и полировка сопровождаются пластической деформацией поверхности. Возникающий при этом поверхностный слой со специфической искаженной структурой снимают многократным попеременным травлением и полировкой. Избежать образования этого слоя можно при использовании химической (электрохимической) или электролитически-механи-

ческой полировки.

Для микроанализа обычно готовят образцы диаметром 10-15 мм (или со стороны квадрата 10-15 мм) при высоте 10-20 мм, но на практике они часто бывают значительно меньших размеров (проволока, тонкий лист, мелкий режущий инструмент, кусочки сложенной детали). В этих случаях для изготовления шлифа образцы заливают легкоплавким сплавом Вуда ($56\%Bi + 18\%Cd + 14\%Pb + 14\%Sn$; $t_{плав.} = 56^\circ C$), пластмассой, эпоксидными смолами или зажимают в специальные струбицины. Такие же приемы используют при изготовлении микрошлифов из деталей или образцов после химико-гермической обработки (цементации, азотирования и т.д.), чтобы избежать "завалов" по краям шлифа.

1.2. 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, графит, нитриды, силикаты) и дефекты металла (раковины, поры, микротрещины, следы обработки). Для полного выявления 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) или 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

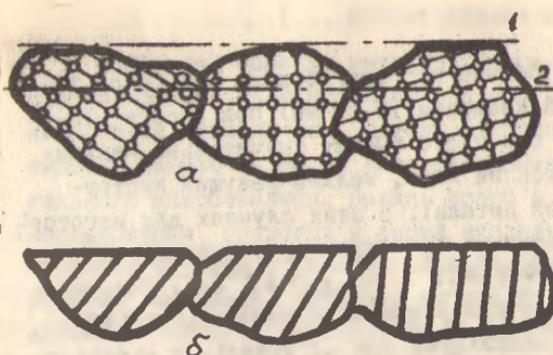


Рис. II. Поверхностный слой микрошлифа: а - до травления, б - после травления; 1 - поверхность образца, 2 - поверхность микрошлифа.

микро рельеф. Для травления микрошлифов применяют большое количество различных реактивов. Наиболее часто для черных металлов используют 2-4%-ный раствор азотной кислоты в спирте и 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. Продолжительность выдержки при травлении для разных сплавов и структур неодинакова. После травления микрошлиф смотрят под микроскопом. Если структура выявлена неотчетливо, шлиф травят дополнительно; если структура слишком затемнена, его снова слегка полируют и травят.

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 окончания процесса травления.

1.3. Исследование микроструктуры

Микроструктурное исследование поверхности микрошлифа осуществляют с помощью металлографических микроскопов, которые, в отличие от биологических, позволяют рассматривать непрозрачные тела в отраженном свете. Основными элементами металлографического микроскопа любой конструкции являются осветительная, механическая и оптическая системы.

Осветительная система состоит из источника света, серии линз (коллектор, осветительная линза), тепло- и светофильтров и диафрагмы. Источник света - низковольтная электрическая лампа, питание которой осуществляется через понижающий транс-

форматор. Коллектор и осветительная линза обеспечивают проецирование световых лучей от лампы в плоскость диафрагмы, которой ограничивается сечение светового пучка. Теплофильтр поглощает тепло от источника света, а светофильтры отбирают лучи требуемой волны, т.е. определенного цвета, регулируя интенсивность освещения.

Получение четкого изображения микроструктуры исследуемой поверхности (фокусирование) обеспечивают макро- и микровинты механической системы микроскопа, изменяющие расстояние между объективом и поверхностью микрошлифа. Перемещение же предметного столика со шлифом по взаимно перпендикулярным направлениям позволяет наблюдать структуру любого участка изучаемой поверхности.

Оптическая система микроскопов включает объектив, окуляр и вспомогательные элементы: призмы, линзы и т.д. Объектив - система линз, размещенных в одной оправе и обращенных к рассматриваемому объекту - дает обратное увеличенное действительное изображение объекта, Скуляр - система линз, размещенных в одной оправе и обращенных к глазу наблюдателя - исправляет оптические дефекты и дает мнимое увеличенное изображение, полученное объективом.

Изображение предмета увеличивает только объектив, а окуляр лишь укрупняет (увеличивает) полученное от объектива изображение, не выявляя никаких новых подробностей предмета.

В заводских цехах и лабораториях для микроструктурного анализа применяют упрощенный металлографический микроскоп ММУ-3 (см. рис. 12).

При наблюдении в светлом поле лучи от источника света T проходят через коллектор 2, теплофильтр 3, осветительную линзу 4, диафрагму 5, отражаются от плоскопараллельной полупрозрачной пластинки 6 и направляются через объектив 7 на объект 8. Лучи, отраженные от поверхности объекта, снова проходят через объектив, который совместно с линзой 9 проецирует изображение в фокальную плоскость окуляров 10.

При наблюдении в темном поле из хода лучей выключаются пластинка 6, линза 4 и диафрагма 5 и вводится диафрагма II, центральная зона которой экранирована. Свет, пройдя через кольцевую диафрагму II, отражается от кольцевого зеркала 12 и падает на параболический конденсор 13, который концен-

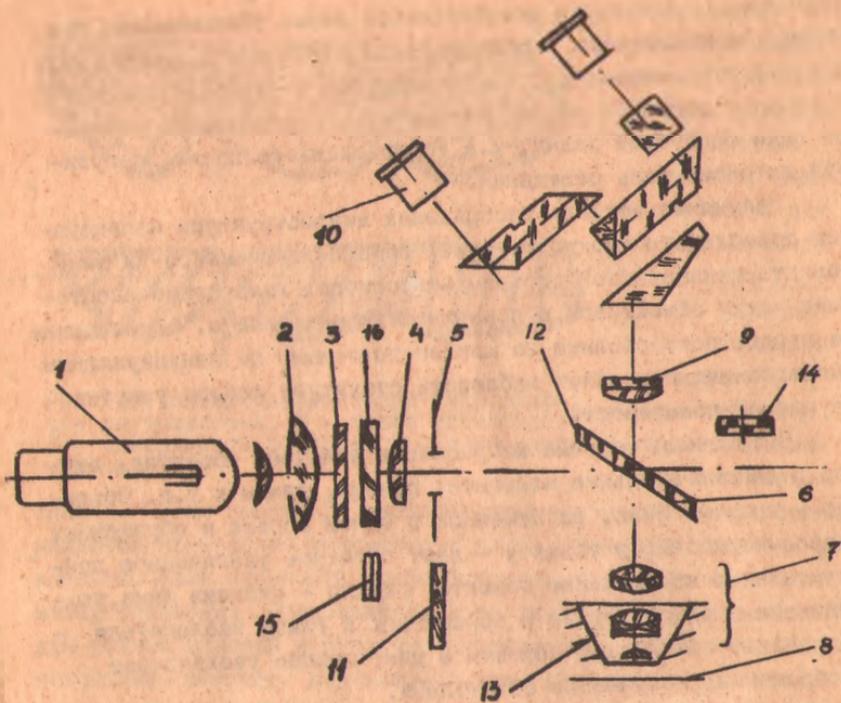
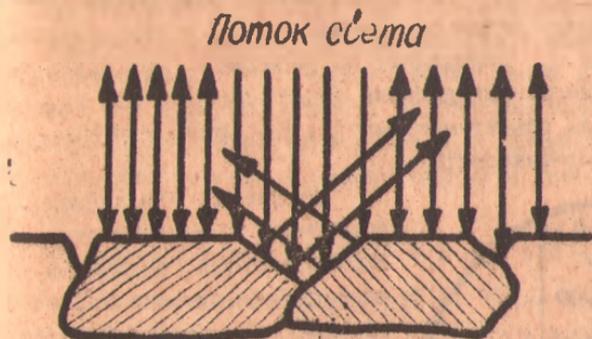


Рис. 12. Оптическая схема микроскопа ММУ-3.

трирует пучок лучей на объекте. Лучи, отраженные от неровностей объекта, попадают в объектив. В поле зрения микроскопа неровности объекта изображаются светлыми на общем темном фоне. При наблюдении в поляризованном свете в ход лучей вводятся анализатор 14 и поляризатор 15. Светофильтр 16 повышает контрастность исследуемого объекта.

Установку шлифа осуществляют запрессовкой его в пластилин на металлической пластине; при этом исследуемую поверхность шлифа располагают параллельно основанию пластины, т.е. перпендикулярно оптической оси микроскопа. Исследуемая поверхность освещается проходящим через объектив почти параллельным оптической оси микроскопа пучком света (рис.13). Свет отражается от поверхности образца и попадает в объектив, если отразившие свет элементы шлифа, примерно перпендикулярны к оптической оси микроскопа; элементы поверхности,

расположенные под углом к оптической оси микроскопа, отражат световые лучи, которые не попадут в объектив. В результате на изображении в окуляре все отражающие свет элементы поверхности, расположенные нормально к оптической оси микроскопа, будут светлыми, а все наклонные — темными. Благодаря этому выявляются различные структурные составляющие металлографических шлифов, границы зерен, частицы выделений и включения.



В результате на изображении в окуляре все отражающие свет элементы поверхности, расположенные нормально к оптической оси микроскопа, будут светлыми, а все наклонные — темными. Благодаря этому выявляются различные структурные составляющие металлографических шлифов, границы зерен, частицы выделений и включения.

Рис. 13. Отражение потока света от поверхности микрошлифа.

В табл. I приведена характеристика увеличений объективов и окуляров, входящих в комплект микроскопа ММУ-3.

В табл. I приведена характеристика увеличений объективов и окуляров, входящих в комплект микроскопа ММУ-3.

Табл. I. Увеличение микроскопа ММУ-3

Объективы		Окуляры		
		10 ^x	12,5 ^x	15 ^x
F = 25 мм	A = 0,17	80	100	120
F = 10 мм	A = 0,40	200	250	300
F = 6,3 мм	A = 0,65	317	396	476

Микроанализ позволяет производить не только качественное исследование структуры металла, но и количественную оценку структурных составляющих, например измерения толщины диффузионных слоев после химико-термической обработки, величины зерна, размеров включений и т.д. Величина изучаемого микрообъекта измеряется с помощью окуляр-микрометра, т.е. окуляра, в который вставлена пластинка с линейкой. Но прежде чем приступить к измерению, необходимо определить цену деления окуляр-микрометра при выбранном объективе. Для этого на предметный столик микроскопа устанавливают объект-микрометр, представляющий собой пластину со шкалой длиной 1 мм (цена деления 0,01 мм). После наведения на фокус в по-

ле зрения микроскопа видны шкалы и объект-, и окуляр-микрометров (рис. 14). Совместив начальные деления этих шкал, подсчитывают, сколько делений шкалы объект-микрометра совмещаются с делениями шкалы окуляр-микрометра. Если деления окуляр-микрометра $C_{ок}$ определяют по формуле $C_{ок} = A \cdot C_{об} / B$, где A - число совмещенных делений объект-микрометра; $C_{об}$ - цена деления шкалы объект-микрометра; B - число совмещенных делений окуляр-микрометра.

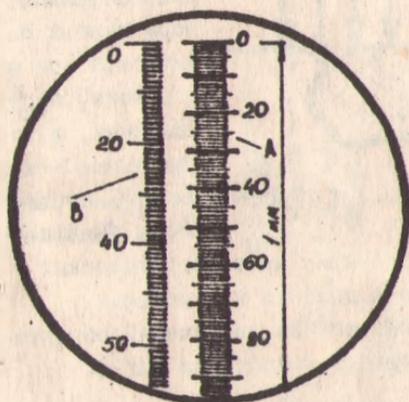


Рис. 14. Схема определения цены деления окуляра микроскопа: А - шкала объект-микрометра; В - шкала окуляр-микрометра.

Например, при данном объективе 40 делений окуляр-микрометра, видимых в поле зрения микроскопа, покрывают (совмещаются) 14 деления объект-микрометра (рис. 14). Цена деления последнего известна - 0,01 мм, тогда цена деления окуляр-микрометра составит $C_{ок} = 14 \cdot 0,01 / 40 = 0,0035$ мм. Зная цену деления окуляр-микрометра, можно измерить любую величину в поле зрения микроскопа.

2. Порядок выполнения работы

Освоить технику приготовления и травления шлифов. Ознакомиться с устройством и работой микроскопа ММ-3.

Перед началом работы следует определить увеличение микроскопа при визуальном наблюдении. Изучение неметаллических включений и определение величины зерна стали целесообразно вести при увеличении $\times 100$. Для определения бейлла зерна при увеличении $\times 100$ следует пользоваться стандартной шкалой, которая дается студенту.

На нестравленных шлифах определить размер неметаллических включений, предварительно определив цену деления окуляр-микрометра.

Составить отчет по работе.

3. Содержание отчета

При составлении отчета необходимо изложить сущность микроанализа, выявленные им особенности строения металла, технологический процесс приготовления шлифа и обосновать выбор места его вырезки; описать назначение травления шлифа, оптическую схему микроскопа ММЗ-3 с пояснением хода лучей в нем, схемы рассмотренных микроструктур с указанием кратности увеличения.

Контрольные вопросы

1. Что такое микроструктура? 2. Какие задачи решает микроструктурный анализ? 3. Как готовятся шлифы? 4. В чем состоит сущность травления? 5. Какое назначение имеют элементы оптической и механической частей микроскопа? 6. Как определяется цена деления окуляра-микрометра?

Лабораторная работа № 3

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Цель работы: 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. 3. Исследовать особенности затвердевания капли азотнокислого свинца и структуру капли после кристаллизации. 4. Исследовать влияние степени переохлаждения на процесс затвердевания и объяснить различия в протекании процесса для разных условий.

1. 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. В идеальных условиях кристаллизации атомы размещаются по геометрически

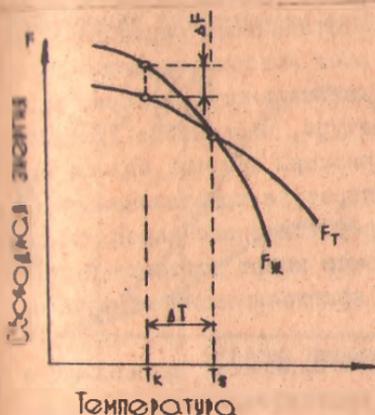
правильной схеме - на определенном расстоянии друг от друга, образуя кристаллическую решетку. В реальных условиях правильный порядок размещения атомов в кристаллической решетке нарушается, и возникают дефекты строения (точечные, линейные, поверхностные), которые значительно влияют на свойства металла, так же как размеры и форма образующихся кристаллов. Следовательно, для получения металлов и сплавов с определенными свойствами надо уметь управлять процессом кристаллизации. Полиморфные превращения различных металлов и сплавов имеют свои особенности, знание которых необходимо для практического использования, особенно при термической и химико-термической обработке.

I.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, 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.1б). Согласно законам термодинамики, энергетически более устойчивое состояние обладает наименьшей свободной энергией. Поэтому при температурах выше T_0 более устойчив жидкий металл имеющий меньший запас свободной энергии, а ниже этой температуры устойчив твердый. При температуре T_0 величины свободных энергий жидкого и твердого состояний равны и металл может находиться в обоих состояниях. Температура T_0 - равновесная, или теоретическая температура 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_0 . 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:

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

Рис. 15. Изменение свободной энергии металла в жидком ($F_{ж}$) и твердом ($F_{т}$) состояниях в зависимости от температуры.

1.2. Механизм процесса кристаллизации

Процесс кристаллизации начинается с образования кристаллических зародышей (центров кристаллизации) и продолжается в процессе роста их числа и размеров. В жидком металле имеет место ближний порядок (упорядоченное расположение атомов в небольших микрообъемах), динамически неустойчивый из-за интенсивного теплового движения атомов. С понижением температуры количество и размер таких 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 понижении температуры. 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

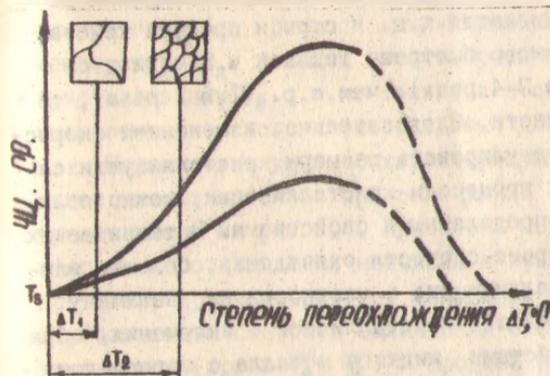
Новая поверхность ($F_{нов}$) больше, чем ее уменьшение в результате образования микробъемов ($F_{об}$) твердого металла с пониженной свободной энергией). Такие зародки расти не могут и растворяются в жидком металле. Устойчивыми зародками являются только те, образование и рост которых понижает свободную энергию системы. Зародки минимального размера, способный к росту при данной температуре, называется критическим (устойчивым). Все зародки, размеры которых больше критического, устойчивы. Каждой температуре кристаллизации соответствует определенный размер устойчивого зародка: чем ниже температура, тем меньший размер имеет устойчивый зародок 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: числом центров (ч.ц.) кристаллизации (числом зародышей, возникающих в единице объема, т.е. скоростью образования зародышей) и 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. 16).

Процесс кристаллизации протекает тем быстрее, чем больше скорости образования зародышей и их роста. При величии степени переохлаждения скорость образования зародышей и скорость роста возрастают, при определенной степени переохлаждения достигают максимума и затем понижаются (при больших величинах переохлаждения практически падают до нуля). Обычно скорость образования зародышей, а следовательно, и число их возрастают быстрее, чем скорость роста.

Такой характер изменения ч.ц. и с.р. от степени переохлаждения объясняется следующим. С повышением степени переохлаждения раз-



ность свободных энергий жидкого и твердого металла (рис. 1б) возрастает, что способствует повышению скорости кристаллизации, т.е. скорости образования зародышей и их роста (рис. 1б). Но для образования и роста зародышей требуется постоян-

Рис. 1б. Влияние степени переохлаждения на число центров кристаллизации (ч.ц.) и скорость роста кристаллов (с.р.).

ное 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 уменьшаются. 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. 1б), так как 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. 1б схематично показано влияние скорости охлаждения (степени переохлаждения) на величину зерна: с изменением степени переохлаждения изменяется соотношение ч.ц. и с.р., что и определяет размер кристаллов. При небольшой степени

переохлаждения (малой скорости охлаждения) ΔT , число зародышей мало, процесс кристаллизации протекает медленно и зерна вырастают крупные. С повышением степени переохлаждения до ΔT_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 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.

1.3. Кристаллизация металлов

Процесс перехода металла из жидкого состояния в кристаллическое представляют кривой охлаждения в координатах время-температура (рис. 17). 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 ствод тепла при

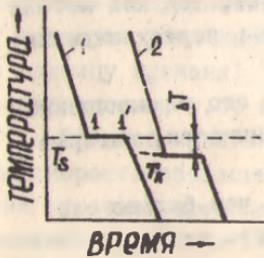
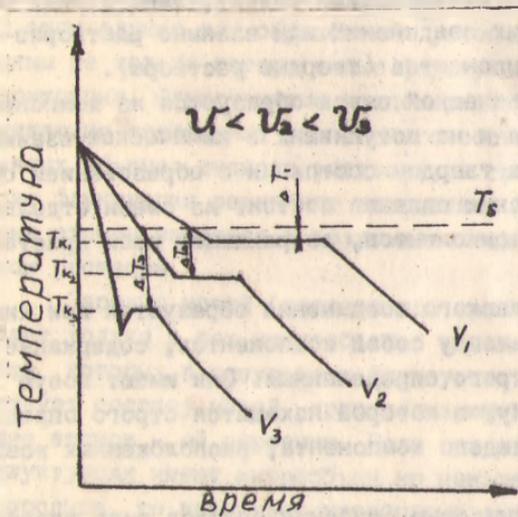


Рис. 17. Кривые охлаждения при теоретическом (а) и реальном (б) процессах кристаллизации.

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 , т.к. 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. 18. 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. Чем



более 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.

Рис. 18. Термические кривые кристаллизации чистых металлов при разных скоростях охлаждения.

1.4. 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. 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 растворимого элемента замещают в кристаллической решетке атомы растворителя. Это возможно, если компоненты имеют одинаковую решетку и размеры их атомов мало отличаются друг от друга (не более 15%). Образование твердых растворов внедрения происходит при внедрении атомов растворимого элемента в

решетку растворителя в промежутки между его атомами, что возможно, когда размеры растворимого 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, а механическая смесь двух видов кристаллов - двухфазной.

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 возникают вследствие диффузионного перемещения атомов вещества в результате тепловых движений в жидком растворе.

Зародыш новой (твердой при кристаллизации) фазы возникает только в тех микрообъемах исходной (жидкой) фазы, состав которых в результате флуктуации концентрации соответствует составу новой кристаллизующейся фазы, а расположение атомов - её 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.

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. 19) имеют две критические температуры: верхнюю I и нижнюю 2.

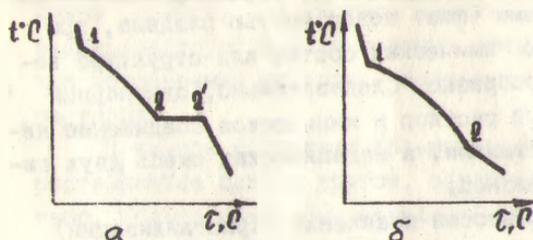


Рис. 19. Кривые охлаждения сплавов, кристаллизующихся с образованием механической смеси (а) и твердого раствора (б).

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, а чистые металлы - при постоянной температуре. Исключение составляют сплавы эвтектической концентрации, которые кристаллизуются также при постоянной температуре.

2. Порядок выполнения работы

Для наблюдения процесса кристаллизации следует предварительно наладить бинокулярный микроскоп. Для этого на предметное стекло нанести каплю воды, при этом отражательное зеркало установить так, чтобы свет падал на объектив микроскопа. Изображение капли воды должно быть четким. Увеличение микроскопа - 10-12.

Стеклянной палочкой нанести на предметное стекло каплю раствора азотнокислого свинца, подогретого до $50-60^{\circ}\text{C}$. 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.

Подогреть на электроплитке раствор медного купороса до 60°C , поставить на асбестовую подставку, нанести каплю раствора на предметное стекло и, наблюдая, зарисовать процесс кристаллизации. Повторить то же после охлаждения раствора до 50°C и 40°C . Обратить внимание на то, что количество возникающих кристаллов и их размер в трех каплях различны.

Данный опыт позволяет изучить влияние степени переохлаждения на процесс затвердевания. Каждой температуре присвоить определенное значение степени переохлаждения ($60^{\circ}\text{C} - \Delta T_1$, $50^{\circ}\text{C} - \Delta T_2$, $40^{\circ}\text{C} - \Delta T_3$). Считать аналогичными величинами степени переохлаждения (ΔT) и степени пересыщения раствора.

По результатам исследования написать отчет по работе.

3. 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; описание основных факторов, влияющих на размер зерна, а также на зависимость механических свойств от размера зерна. В отчете следует 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 ΔT_1 , ΔT_2 , ΔT_3 нанести на график зависимости числа зародышей и скорости роста кристаллов от степени переохлаждения.

К о н т р о л ь н ы е в о п р о с ы

1. Что такое кристаллизация и перекристаллизация?
2. Почему и как происходит изменение строения веществ?
3. От каких факторов зависит скорость процесса кристаллизации?
4. Как можно управлять процессом кристаллизации?
5. Что общего и в чем отличие процессов кристаллизации чистых металлов и сплавов?

Лабораторная работа № 4

ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Цель работы: изучение метода построения диаграммы состояния на основе кривых охлаждения.

Оборудование и материалы: установка для проведения термического анализа, термопечи, тигли с соответствующими сплавами.

Задания. 1. Провести наблюдение за процессом охлаждения одного из заданных сплавов. 2. Построить кривую охлаждения сплава в координатах температура-время. 3. Определить критические точки. 4. Построить диаграмму состояния изучаемой системы. 5. Пользуясь правилом отрезков, определить состав и количественное соотношение фаз изучаемого сплава при температуре между линиями ликвидус и солидус.

I. Общие сведения

Свойства металлов и сплавов зависят не только от их химического состава, но и от структуры (строения). Для изучения структуры и превращений применяют различные методы исследования (макро- и микроструктурный анализ, испытание механических и физических свойств и т.д.). Термический анализ относится к физическим методам исследования. Он основан на том, что любое превращение, происходящее в металле (плавление при нагревании, кристаллизация при охлаждении, изменение кристаллического строения), сопровождается тепловым эффектом - выделением тепла (при охлаждении) или поглощением его (при нагревании) и, следовательно, вызывает остановку или резкое замедление падения температуры при охлаждении (в момент фазовых превращений), а также остановку или замедление повышения температуры при нагревании. Величина теплового эффекта зависит от природы изучаемого металла, его массы и других факторов. Тепловой эффект объясняется работой, связанной с созданием или разрушением кристаллической решетки данного металла или сплава, и обнаруживается по изменению скорости его нагревания или охлаждения.

Изменение скорости устанавливается на основе анализа кривых охлаждения (нагревания), строящихся в координатах температура-время (рис. 20).

Скорость охлаждения в каком-либо температурном интервале характеризуется тангенсом угла наклона соответствующего участка кривой к оси времени. Например, скорость охлаждения в температурном интервале $280-220^{\circ}\text{C}$ (кривая 2) характеризуется $tg \alpha$, а точки перегиба А и Б характеризуют изменение скорости, т.е. начало и конец превращения.

Температурные точки на кривой охлаждения, в которых возникают или заканчиваются превращения (точки А и Б кривой 2 и точки В и Г кривой 3), а также температуры, соответствующие этим точкам, называют критическими.

Кривая 1 соответствует простому охлаждению, при котором превращения отсутствуют. Если превращение происходит при постоянной температуре (что имеет место при кристаллизации чистых металлов и эвтектических сплавов), то на кривой охлаждения оно изображается горизонтальной

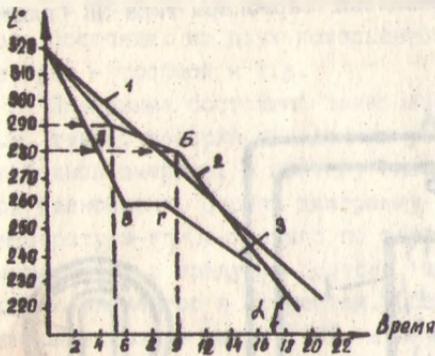


Рис. 20. Кривые охлаждения сплавов.

площадкой (ВГ на кривой 3). Превращение, совершающееся в интервале температур, изображается на кривой охлаждения наклонным участком (АВ на кривой 2).

Термический анализ производят следующим образом. В печь I (рис. 21) помещают жаростойкий тигель 2, в котором расплавляют исследуемый металл. Затем в расплав погружают горячий спай 3 термопары (защищенный фарфоровым или кварцевым колпачком 4) и выключают печь. Начинается охлаждение расплава, температуру которого замеряют через равные небольшие промежутки времени.

Температуру охлаждаемого металла определяют обычно при помощи термопары 5 и гальванометра 6. Принцип измерения температуры следующий. Термопара представляет собой две проволоки из разнородных металлов, спаянные с одного конца. Место спаивания (горячий спай) помещают в среду, температуру которой измеряют. Два свободных конца подсоединяют к гальванометру (место соединения термопары с гальванометром называют холодным спаем). В результате образуется замкнутая электрическая цепь. Если горячий и холодный спай будут находиться при разных температурах, то в такой цепи возникнет термоэлектрическая сила, измеряемая гальванометром, которая

зависит от разности температур горячего и холодного спаев и от материала термопары.

В зависимости от диапазона измеряемых температур используют термопары, изготовленные из различных металлов и сплавов. Наиболее часто применяют термопары типа ПП (плати-

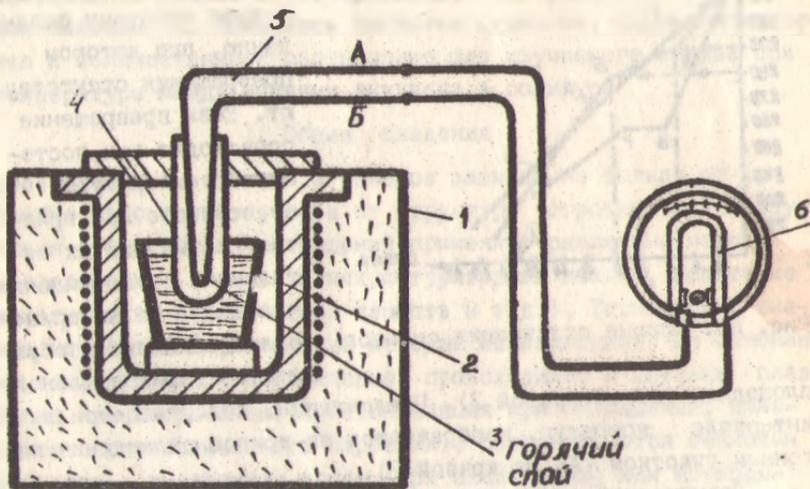


Рис. 21. Схема установки для исследования металлов термическим методом.

на + платинородий) – до 1300°C и ХА (хромель + адомель) – до 1000°C . Предварительно проградуировав систему термопар-гальванометр, т.е. зная, какое напряжение (в милливольтках) какой температуре соответствует, определяют температуру металла. По полученным данным строят кривую охлаждения в координатах температура-время.

Таким образом, сущность термического метода анализа заключается в наблюдении характера изменения температуры металлов или сплавов при охлаждении или нагревании (чаще при охлаждении) для определения их критических точек.

Термический анализ эффективен в тех случаях, когда превращения сопровождается значительным выделением или поглощением тепла, т.е. когда на кривых охлаждения (нагревания) отчетливо заметны перегибы или площадки. При незначительных выделениях тепла перегибы и площадки трудно различимы.

Г.І. Диаграммы состояния и их построение

Диаграмма состояния представляет собой наглядное графическое изображение зависимости температур фазовых превращений в сплавах от их состава. Если она строится для сплавов, состоящих из двух компонентов, то называется двойной, из трех - тройной и т.д.

Диаграмма состояния показывает устойчивые состояния, т.е. такие, которые при данных условиях обладают минимумом свободной энергии, и поэтому она может быть названа диаграммой равновесия. Строят диаграмму состояния в координатах температура-концентрация: по вертикальной оси откладывают температуру в градусах Цельсия, по горизонтальной - концентрацию элементов в процентах. Общее содержание обоих компонентов в сплаве равно 100%, и каждая точка на оси абсцисс соответствует определенному содержанию одного из них. Следовательно, крайние ординаты диаграммы соответствуют чистым компонентам (или устойчивым химическим соединениям), а ординаты между ними - двойным сплавам.

Каждая точка диаграммы показывает состояние сплава данной концентрации при определенной температуре; вертикали ее соответствуют изменению температуры сплавов, а изменение фазового состояния сплава отмечается на диаграмме точкой. Линии, соединяющие точки аналогичных превращений, разграничивают диаграмму на области аналогичных фазовых состояний. Вид диаграммы состояния зависит от того, как реагируют оба компонента друг с другом в твердом и жидком состояниях, т.е. растворимы ли они в твердом и жидком состояниях, образуют ли химические соединения и т.д.

Если система однокомпонентна, то диаграмма состояния будет иметь одно измерение (шкала температур) и соответствующие точки на прямой покажут равновесную температуру изменения агрегатного состояния.

По диаграмме состояния без проведения опытов можно установить температуру плавления и оптимальную температуру обработки давлением любого сплава системы, возможность проведения термической обработки и ее режимы, определить структуру (форму, размеры и характер взаимного расположения соответствующих фаз) медленно охлажденных сплавов. Так как

технологические и эксплуатационные свойства сплавов тесно связаны с микроструктурой, то для практического металловедения очень важно иметь диаграммы состояния.

При построении диаграммы состояния экспериментальная работа сводится к определению критических точек для разных по составу сплавов данной системы. Для этого необходимо взять несколько сплавов, отличающихся друг от друга концентрацией компонентов, а также чистые компоненты, для каждого из них построить кривую охлаждения и определить на ней положение критических точек и температур. Такое построение для трех сплавов и двух компонентов схематично показано в левой части рис. 22 для системы свинец-сурьма.

По горизонтальной оси в определенном масштабе откладываем концентрацию одного из двух компонентов, образующих сплав, например, сурьмы. В точке, где 0% Sb , сплав однокомпонентный, т.е. имеем чистый свинец, а в точке 100% Sb - чистую сурьму. Ординаты, проведенные в указанных точках будут показывать изменение агрегатного состояния чистых металлов, т.е. Pb и Sb , в зависимости от температуры. На оси

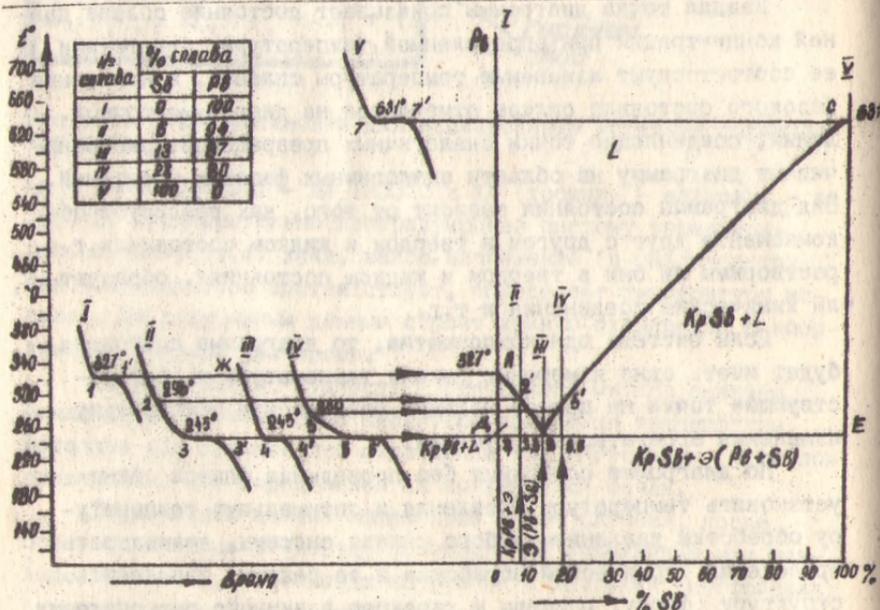


Рис. 22. Построение диаграммы состояния свинец-сурьма по критическим точкам.

концентрации находим точки, соответствующие выбранным сплавам, для которых также проводим ординаты, называемые линиями сплавов. Они обозначаются соответственно номеру сплава и его кривой охлаждения. Затем проектируем критические точки кривых охлаждения на соответствующие линии сплавов. Соединяя плавной кривой проекции точек начала кристаллизации сплавов, получим линию ABC (линия ликвидус), выше которой сплав любого состава находится в жидком состоянии. Соединив проекции точек конца кристаллизации жидких расплавов, получим линию DBE (линия солидус), ниже которой сплавы любого состава находятся в твердом состоянии. Полученное графическое изображение и представляет собой диаграмму состояния системы свинец-сурьма, которая показывает не только критические температуры любого сплава системы, но и их фазовый состав в равновесном состоянии, т.е. при полном завершении превращений, что возможно только в условиях очень медленного охлаждения.

Фазовый состав устанавливают анализом кривых охлаждения с применением микроструктурного исследования.

При анализе кривых охлаждения применяют правило фаз:

$$C = K - \Phi + 1,$$

где C - число степеней свободы системы, т.е. число внешних и внутренних факторов (температура, давление, концентрация), изменение которых не приводит к изменению состояния равновесия системы (числа фаз, находящихся в равновесии); K - число компонентов; Φ - число фаз.

Проанализируем для примера кривую охлаждения III системы $Pb-Sb$ (рис. 23) для установления фазового состава на отдельных ее участках. Кристаллизация сплава начинается в точке 4. В процессе кристаллизации температура остается постоянной. При температуре ниже точки 4' сплав находится в твердом состоянии. Исследование микроструктуры показало, что этот сплав представляет собой механическую смесь кристаллов двух фаз ($Pb+Sb$), называемую эвтектикой. Такой сплав называют эвтектическим. Следовательно, процесс кристаллизации эвтектики в двухкомпонентном сплаве происходит при наличии трех фаз (жидкий раствор - кристаллы Pb + кристаллы Sb). В соответствии с правилом фаз трехфазное состояние двухкомпонентной системы возможно, если система не имеет ни одной

Степени свободы: $C = K - \Phi + I = 2 - 3 + I = 0$, т.е. температура и концентрация фаз должны оставаться постоянными. Наличие горизонтального участка на кривой охлаждения III и отражает постоянство температуры до полного исчезновения одной из фаз, т.е. жидкого раствора.

Участок Ж-4 кривой охлаждения III соответствует жидкому (однофазному) состоянию сплава, которое в двухкомпонентных сплавах может существовать при наличии двух степеней свободы: $C = K - \Phi + I = 2 - 1 + I = 2$, т.е. могут изменяться температура и концентрация. Участок Ж-4 характеризует изменение температуры жидкости.

Таким образом, правило фаз можно использовать как теоретический метод контроля при построении кривых охлаждения, т.к. он позволяет установить соответствие характера кривой фазовому составу с тава.

2. Порядок выполнения работы

- Изучить схему установки для проведения термического анализа, а также объяснить принцип устройства приборов в установке.

Провести исследование процесса кристаллизации заданного сплава и результаты занести в табл. 2.

Табл. 2. Данные охлаждения сплава

Состав сплава	Время замера (от начала отсчета), с	Температура, °С
Номер замера		
1.		
2.		
и т.д.		

По полученным результатам построить кривую охлаждения сплава в координатах температур-время, определить по ней критические точки и записать их в табл. 3.

Табл. 3. Критические точки сплавов

Номер сплава	Состав сплава	Температура затвердеваний, °С	
		начальная	конечная
I			
5		

Проверить правильность построения кривых охлаждения, используя правило фаз.

По данным табл. 3 построить диаграмму состояния изучаемой системы, указать во всех ее областях фазовый и структурный составы.

Пользуясь правилом отрезков, определить состав и массовое количество фаз изучаемого сплава для температуры между линиями ликвидус и солидус.

Написать отчет о работе.

3. Содержание отчета

При составлении отчета необходимо зарисовать схему установки; описать методику термического анализа и построения диаграммы состояния двойных сплавов; привести экспериментальные данные, сведенные в табл. 2 и 3, для сплавов заданной системы; построить диаграмму состояния, применив правило отрезков в заданной точке изучаемой системы.

К о н т р о л ь н ы е в о п р о с ы

1. В чем сущность термического анализа? 2. Что такое диаграмма состояния, для чего она нужна и как строится? 3. Что такое критическая точка? 4. Как проверить правильность построения кривых охлаждения? 5. Что такое компонент, фаза и структура сплава?

ЛИТЕРАТУРА

1. Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П. Материаловедение.-М.:Машиностроение, 1980.-493 с.

2. Гуляев А.П. Материаловедение.-М.:Металлургия, 1986.-542 с.

3. Материаловедение / Под ред. Б.Н.Арзамасова.-М.:Машиностроение, 1986.-383 с.

4. Материаловедение и термическая обработка стали / Под ред. М.Л.Верштейна, А.Г.Рахштадта. Справочник в 3-х т.-М.:Металлургия, 1983.-т.1-352 с.; т.2-367 с.; т.3 - 215 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	3
Лабораторная работа № I Макроструктурный анализ металлов и сплавов.....	3

Лабораторная работа № 2. Микроструктурный анализ...	17
Лабораторная работа № 3. Изучение процесса кристал-	
лизации.....	25
Лабораторная работа № 4. Термический анализ.....	35
Литература.....	43

Составители: Николай Александрович Свидунович,
Жанна Михайловна Урбанек, Александр Иванович Гарост
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО КУРСУ "МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ"

Редактор И.В.Старовойтова. Корректор О.Ю.Ромаева.

Подписано в печать 30.II.87. Формат 60x84^I/16.

Печать офсетная. Усл.печ.л.2,7.Усл.кр.-отт.2,7.Уч.-изд.л.2,3.

Тираж 500 экз. Заказ 850. Бесплатно.

Белорусский ордена Трудового Красного Знамени
технологический институт имени С.М.Кирова.

220630. Минск,Свердлова,13а.

Отпечатано на ротапринтере Белорусского ордена Трудового
Красного Знамени технологического института им. С.М.Кирова.

220630. Минск,Свердлова,13.

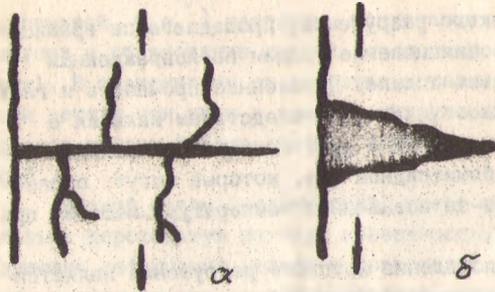


Рис. 5. Вид хрупкой (а) и вязкой (б) трещин.

щина с малой скоростью распространения и значительной пластической деформацией металла при ее продвижении, чашечное строение излома. Чашечный излом - результат пластической деформации, вызванной движением тупой трещины.

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 случаи смешанных разрушений, где фраттографически (т.е. изучением поверхности излома) можно определить долю того или другого вида.

Усталостные изломы (рис. 6) имеют признаки, отличающие их от изломов другого рода. Фокус излома 1 - малая локальная зона, близкая к точке, в которой возникает зародышевая (начальная) макроскопическая трещина усталости и откуда начинается её развитие. Очаг разрушения 2 - малая зона, прилегающая к фокусу излома и соответствующая объему, в котором располагалась начальная трещина усталости. Очаг разрушения характеризуется наибольшим блеском и наиболее гладкой поверхностью.

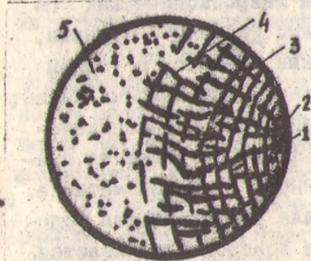


Рис. 6. Схема усталостного излома вала.

Линии усталости на поверхности очага разрушения обычно отсутствуют. В зоне избирательного развития трещины 3 от очага разрушения, как из центра, расходятся линии усталости 4 - следы фронта продвижения трещины. Зона долома 5 образуется на последней стадии разрушения и обладает признаками хрупкого разрушения.