

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**  
ЮРГИНСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

---

УТВЕРЖДАЮ  
Зам. директора ЮТИ ТПУ по УР  
\_\_\_\_\_ В.Л. Бибик  
« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2012 г.

**С.Н. Федосеев**

## **Микроструктурный анализ**

Методические указания к выполнению лабораторной работы  
по дисциплине «Материаловедение» для студентов специальностей  
150101 «Металлургия черных металлов»,  
150202 «Оборудование и технология сварочного производства»,  
150402 «Горные машины и оборудование»,  
151001 «Технология машиностроения»  
очной и заочной формы обучения

Издательство  
Юргинского технологического института (филиала)  
Томского политехнического университета  
2012

УДК 620.22  
ББК 30.3  
Ф33

**Федосеев С.Н.**

Ф33 Микроструктурный анализ: методические указания к выполнению лабораторной работы по дисциплине «Материаловедение» для студентов специальностей 150101 «Металлургия черных металлов», 150202 «Оборудование и технология сварочного производства», 150402 «Горные машины и оборудование», 151001 «Технология машиностроения» очной и заочной формы обучения / С.Н. Федосеев; Юргинского технологического института (филиала) Томского политехнического университета – Юрга: Изд-во Юргинского технологического института (филиала) Томского политехнического университета, 2012. – 15 с.

УДК 620.22  
ББК 30.3

Методические указания рассмотрены и рекомендованы  
к изданию методическим семинаром кафедры  
МЧМ ЮТИ ТПУ  
« 03 » октября 2012 г.

Зав. кафедрой МЧМ  
канд. тех. наук,

\_\_\_\_\_ *А.А. Сапрыкин*

Председатель  
учебно-методической комиссии

\_\_\_\_\_ *И.С. Сулимова*

*Рецензент*  
Кандидат технических наук,  
доцент  
*А.М. Анасов*

© ФГБОУ ВПО НИ ТПУ, ЮТИ ТПУ, 2012  
© Федосеев С.Н., 2012

## **Введение**

В начале занятия проводится контроль степени готовности студентов к выполнению лабораторной работы по контрольным вопросам. После этого студенты проходят общий инструктаж по технике безопасности и получают допуск к занятию.

После проведения необходимых исследований оформляется отчет. Отчет составляется каждым студентом индивидуально, либо общий на подгруппу студентов. Работа считается выполненной после сдачи отчета и зачета руководителя.

### **1. Цель и задачи лабораторной работы**

Изучить методику выявления микроструктуры металлов и виды микроструктур на образцах железоуглеродистых сплавов. Установить зависимость качества металла от загрязнения неметаллическими включениями и размера зерна.

### **2. Оборудование и материалы**

1. Металлографический микроскоп ЛабоМет-1.
2. Набор шлифов.
3. Фотографии микроструктур.
4. Шлифовальная бумага.
5. Реактивы для травления образцов.

### **3. Краткая характеристика объекта изучения**

Микроскопический анализ – метод исследования структуры металлов и сплавов методами оптической, просвечивающей электронной (ПЭМ) и растровой электронной (РЭМ) микроскопии на специально подготовленных образцах. При микроанализе изучают микроструктуру. Микроструктура показывает размер, форму и характер взаимного расположения фаз в металлах и сплавах. Фаза – однородная часть металла или сплава, имеющая одинаковый состав, строение, свойства, агрегатное состояние и отделённая от других частей поверхностью раздела.

Микроанализ позволяет определить:

- форму и размеры кристаллических зерен;

- строение сплавов после термической и химико-термической обработки;
- микропороки металла (микротрещины, раковины);
- засоренность неметаллическими включениями.

Микроанализ состоит из приготовления микрошлифа и исследования его под микроскопом. Основной структурой составляющей материалы являются кристаллиты (зерна). Наблюдать структурные составляющие – микроструктуру возможно с помощью оптического (размером до  $10^{-7}$  м) или электронного (размером до  $2 \cdot 10^{-10}$  м) микроскопа. Изучение микроструктуры можно производить визуально или при помощи фотографирования. Микроскопические методы дают возможность определить размеры и форму кристаллов, наличие различных по своей форме кристаллов, их распределение и относительные объемные количества, форму инородных включений и микропустот и др. Величина зерна поликристаллических материалов является одной из важных характеристик структуры и определяет большинство физико-механических свойств материалов.

Тонкая структура описывает расположение элементарных частиц в кристалле и электронов в атоме. Изучается она дифракционными методами (рентгенография, электронография, нейтронография).

### 3.1. Приготовление микрошлифа

Образец металла, приготовленный специальным способом для исследования его структуры под микроскопом, называется микрошлифом.

Особенность металлографического микроскопа: непрозрачный образец (микрошлиф) рассматривается в отраженном свете, поэтому поверхность его должна быть зеркальной. Размеры микрошлифов должны быть небольшими ( $\varnothing 10 \div 20$  мм или  $10 \times 10$ ;  $10 \times 20$  мм; высота обычно не превышает  $15 \div 20$  мм).

Вырезка образца в необходимом месте предпочтительно методом холодной механической обработки или отбор в качестве образца детали малых размеров. В качестве образцов обычно используются кубик с ребром 10 мм или цилиндр диаметром и высотой 10 мм. В случае изготовления микрошлифов из очень мелких деталей (проволока, осколки) их зажимают в специальных струбцинах или запрессовывают в пластмассу. Методика подготовки микрошлифов включает следующие операции:

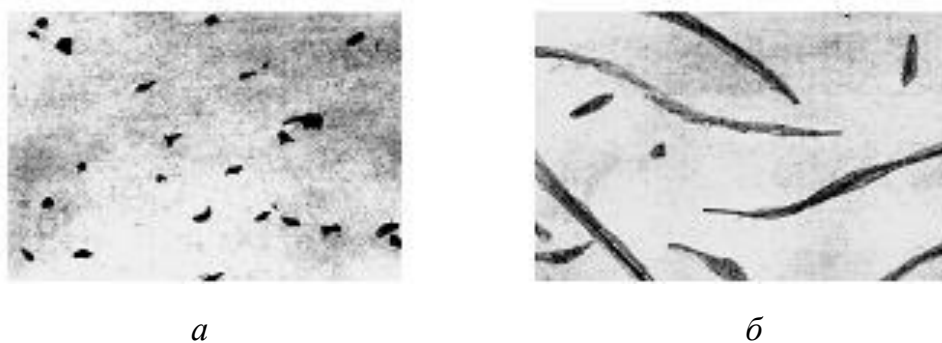
*Заторцовка.* Образец закрепляется в тисках. С помощью напильника одна из его поверхностей (с необходимой стороны) опиливается на плоскость. Зачистка может быть произведена на наждачном круге.

*Шлифование.* Обработка заключается в шлифовании полученной плоскости на наждачной бумаге различных номеров (60, 80, 100, 120, 140, 180, 280, 320), начиная с крупных (125 мкм) и кончая мелкими (3–5 мкм) абразивными зернами. При переходе от более грубого номера бумаги к более тонкому шлиф поворачивают на 90° и шлифуют до тех пор, пока риски от предыдущего номера бумаги не будут полностью ликвидированы. Шлифование выполняется вручную или на специальных станках.

*Полирование.* Шлифы полируются на вращающемся плоском круге (диске), покрытом сукном (войлоком). Круг смачивается водой с очень мелким абразивным порошком (окись хрома, окись алюминия) и приводится в быстрое вращение. Шлиф слегка прижимается к кругу. Полирование считается законченным, если удалены все риски и поверхность становится зеркальной. Широкое применение находит метод электрохимического полирования, когда образец в качестве анода помещается в электролит.

На полированном микрошлифе в большинстве случаев структура не видна. В микроскопе виден светлый круг, так как все падающие на поверхность шлифа лучи отражаются, если же шлиф имеет риски, то часть лучей, падающих на поверхность, рассеивается и видны темные полосы.

Если металл загрязнен, то обнаруживаются неметаллические включения (оксиды, сульфиды и т. д.), микропороки (поры, раковины, трещины), на поверхности чугуна – графит (рис.1).



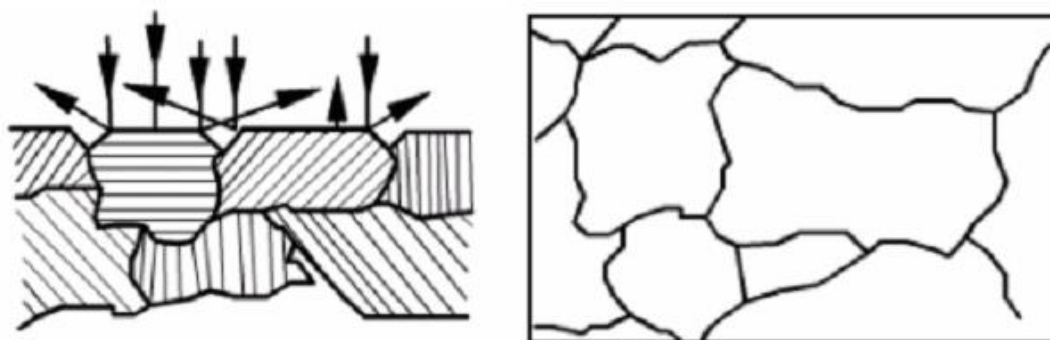
*Рис. 1. Поверхность микрошлифа после полирования:  
а – сталь; б – серый чугун ×100*

*Травление.* Для выявления микроструктуры полированную поверхность шлифа подвергают травлению различными химическими реактивами (травителями).

Для выявления структуры необходимо создать рельеф поверхности и окрасить в различные цвета структурные составляющих материала.

Поставленная цель достигается методами химического, электролитического, теплового, окислительного травления. Наибольшее распространение получил метод химического травления, который можно рассматривать как процесс электрохимической коррозии. Ввиду различной коррозионной стойкости фаз металла, границ зерен, анизотропных составляющих при травлении создаётся микрорельеф металла, состоящий из плоских участков металла и впадин.

Вследствие интерференции света впадины под микроскопом будут темными, а плоские участки микрошлифа – светлыми (рис. 2).



*Рис. 2. Выявление микроструктуры сплава*

Технология травления включает: обработку полированной поверхности микрошлифа в реактиве до получения слегка матового оттенка, промывании водой, затем спиртом и сушку фильтровальной бумагой. В зависимости от химического состава материала, вида предшествующей обработки и цели исследования чаще всего используются реактивы в виде слабых водных или спиртовых растворов кислот и щелочей, а также смеси различных кислот. Составы наиболее распространенных реактивов представлены в приложении А.

При качественном микроанализе исследование микрошлифа начинается сразу после полирования, т. е. в «натравленном» виде. В этом случае определяются качество приготовления шлифа, несплошности металла в виде микропористости, микротрещины, неметаллические включения в виде сульфидов, оксидов и т. д. На микрошлифе дефекты сплошности имеют темный цвет, неметаллическим включениям соответствуют темные участки или участки, отличающиеся по цвету от светлого поля шлифа.

Более полное изучение структуры материала производится на микрошлифах после травления. В этом случае выявляются границы зерен, фазовое строение, характер предшествующей обработки, вид металлов и сплавов. На рис. 3. приведены микроструктуры отдельных сталей и примеры их условных зарисовок.

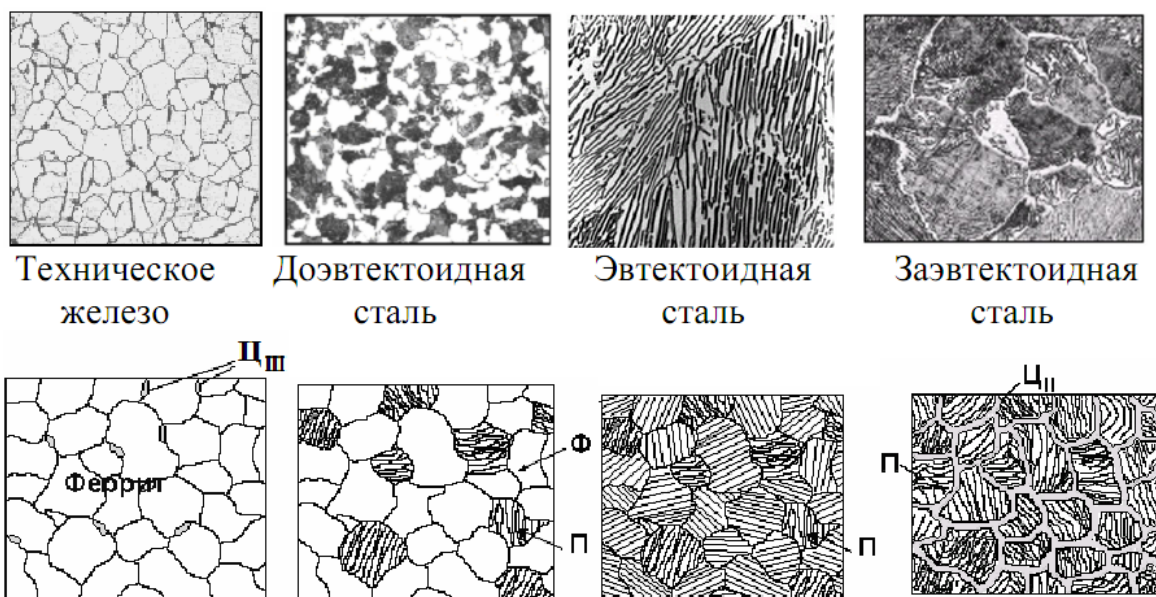


Рис. 3. Микроструктуры углеродистых сталей и схемы их изображения

### 3.2. Исследование микроструктуры нетравленого шлифа

Определить балл неметаллических включений в стали (по оксидам) согласно ГОСТ 1778-70.

При выполнении этого исследования целесообразно начинать с рассмотрения микрошлифа в нетравленном виде, т. е. после полировки.

Под микроскопом шлиф имеет вид светлого круга с темными точечными или строчечными участками неметаллических включений.

Определять степень загрязненности металла неметаллическими включениями очень важно, так как они хрупки и непрочны, а значит, снижают механические свойства стали.

При производстве некоторых сортов качественной и высококачественной стали количество неметаллических включений регламентируется. Для шарикоподшипниковой стали чистота по неметаллическим включениям является одним из основных факторов, определяющих эксплуатационную стойкость изделий.

Металлографические методы определения загрязненности стали неметаллическими включениями установлены ГОСТ 1778-70.

Для общей характеристики стали по степени загрязненности ее неметаллическими включениями применяется балльная шкала.

Пятибалльная шкала ГОСТа классифицирует следующие виды неметаллических включений:

- оксиды строчечные – ОС;
- оксиды точечные – ОТ;
- силикаты хрупкие – СХ;

- силикаты пластичные – СП;
- силикаты недеформирующиеся – СН;
- сульфиды – С;
- нитриды и карбонитриды строчечные – НС;
- нитриды и карбонитриды точечные – НТ;
- нитриды алюминия – НА.

Чаще всего наблюдается загрязнение стали оксидами и сульфидами. Одним из методов испытания является оценка неметаллических включений под микроскопом в сравнении с эталонными шкалами нетравленных шлифов при увеличении  $\times 100$ .

В таблице 1 приведена эталонная шкала сульфидов и оксидов согласно ГОСТ 1778-70.

Таблица 1

*Шкала для оценки неметаллических включений*

Балл	Оксидные		Сульфидные	
	Мелкие	Крупные	Мелкие	Крупные
1				
2				
3				
4				
5				



### 3.3. Исследование микроструктуры стали после травления шлифа

После травления микрошлифа выявляется структура, свойственная данному металлу. Можно определить характер и количество различных фаз и структурных составляющих сплава, а также размер действительного зерна. При определении величины зерна применяется или непосредственное его измерение, или метод сравнения с установленной стандартной шкалой баллов. Методы выявления и определения величины зерна установлены ГОСТ 5639-82. Определение величины зерна по стандартной шкале производится сравнением размера зерен, видимых под микроскопом при увеличении в 100 раз, с эталонной шкалой по ГОСТ 5639-82 (рис. 4).

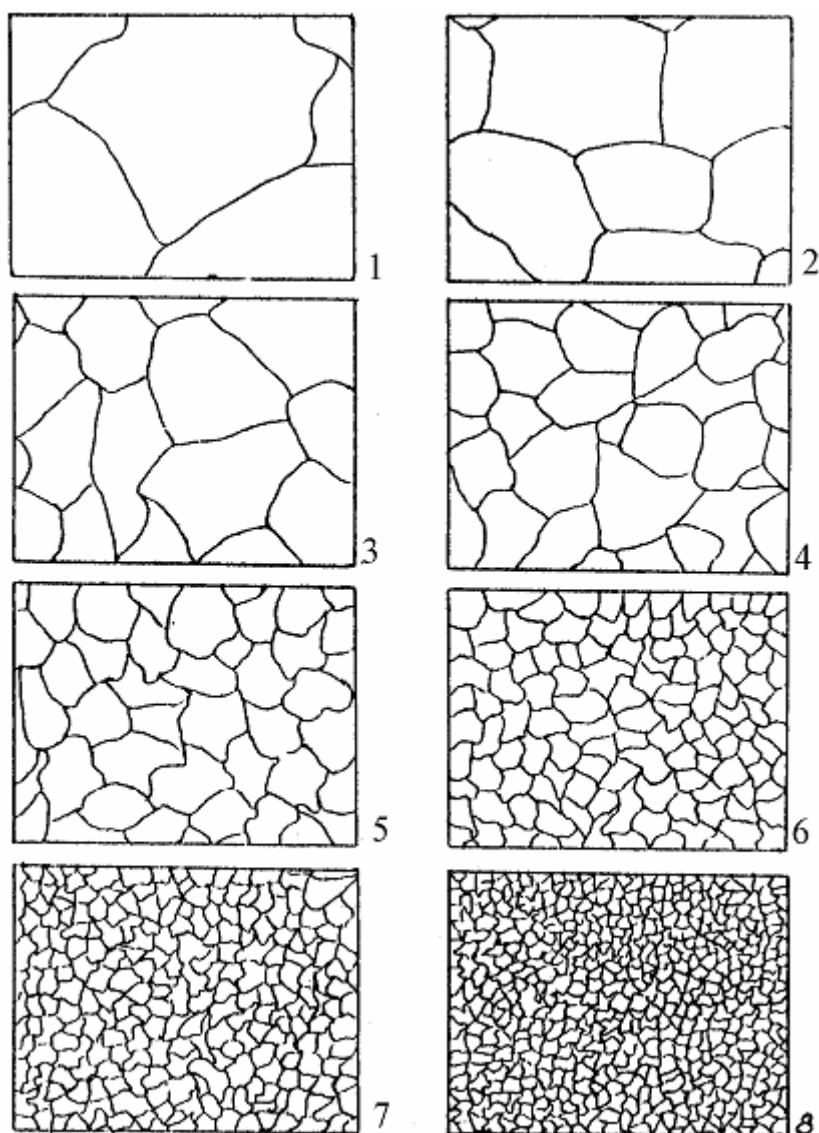


Рис. 4. Эталонная шкала для определения величины зерна:

1–8 – номер зерна;  $\times 100$

Свойства материалов зависят от количества, размеров, формы и расположения структурных составляющих. В основе количественного микроанализа лежит предположение о случайном характере поперечных сечений объемных структурных составляющих в плоскости металлографического шлифа, что позволяет характеризовать структуру материала либо средними значениями некоторых характеристик, либо их распределениями. Под зёрнами металла понимаются отдельные кристаллы поликристаллического конгломерата, имеющие границы раздела. Величина зерна является важнейшей характеристикой металла, определяющей его физические, физико-химические, механические и технологические свойства. При комнатной температуре уровень свойств определяет действительное зерно, полученное в результате той или иной термической обработки. Сплавы мелкозернистого строения имеют более высокие прочностные свойства и вязкость, более низкий порог хладноломкости, более высокую коэрциативную силу в постоянных магнитах, однако обладают меньшей пластичностью, магнитной мягкостью, коррозионной стойкостью и т. д.

#### **4. Порядок выполнения работы**

Работа рассчитана на 2 часа и выполняется подгруппой студентов из 6–8 человек под руководством преподавателя. Последовательность выполнения работы:

1. Ознакомится с методикой приготовления микрошлифов.
2. Получить у преподавателя образцы, произвести шлифование и полирование.
3. Подобрать необходимые реактивы, провести травление, зарисовать микроструктуры шлифов и дать заключение о качестве металла и виде обработки.

#### **5. Оформление лабораторной работы**

Оформление лабораторной работы должно соответствовать методическим указаниям. Работа оформляется в рабочей тетради в виде отчета, который должен содержать:

- 1) титульный лист;
- 2) тему работы;
- 3) цель работы;
- 4) оборудование и материалы;

- 5) краткое описание теоретической части;
  - 6) зарисовка микроструктуры стали нетравленного шлифа с указанием балла неметаллических включений. Заключение о качестве стали.
  - 7) зарисовка микроструктуры стали по шлифу после травления с указанием номера зерна по стандартной шкале и параметров структуры. Заключение о качестве стали.
  - 8) выводы.
- Работу студент защищает руководителю по контрольным вопросам. После выполнения и защиты всех работ рабочая тетрадь в обязательном порядке сдается преподавателю.

## **6. Правила техники безопасности**

1. Перед началом работы необходимо пройти общий инструктаж по ТБ работы с реактивами.
2. Травление образцов производить только в вытяжном шкафу.
3. При работе на микроскопе:
  - не применять большие усилия при вращении макро- и микрометрических винтов фокусировки объектива;
  - тщательно промывать и сушить микрошлиф перед установкой его на предметный столик микроскопа (загрязнения и влага, попавшие на оптику объектива, искажают изображение микроструктуры и выводят оптику из строя).
4. Работу проводить в специальной одежде (хлопчатобумажный халат).
5. Выполнение работы производить под наблюдением преподавателя.

## **7. Контрольные вопросы**

1. Что такое микроструктура?
2. Какими способами изучают микроструктуру?
3. Для каких целей применяют анализ микроструктуры?
4. Как выявляют микроструктуру?
5. Какие неметаллические включения типичны для стали?

## **СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Апасов А.М. Материаловедение / Апасов А.М, Галевский Г.В., Данилов В.И. – Томск: Издательство ТПУ, 2005. – 622 с.

2. Апасов А.М. Методы исследования, испытания, анализа и контроля в металлургии и материаловедении / Апасов А.М, Галевский Г.В. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 488 с.
3. Фетисов Г.П. Материаловедение и технология металлов / Фетисов Г.П., Карпман М.Г., Матюшин В.М. и др. / под ред. Фетисова Г.П. – М.: Высшая школа, 2001. – 638 с.
4. Беккерт М. Справочник по металлографическому травлению / Беккерт М., Клемм Х., Лейпциг, 1976: пер. с нем. – М.: Металлургия, 1979. – 336 с.
5. ГОСТ 1778-70. Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений. – Введ. 01.01.83. – М.: Изд-во стандартов, 1971. – 35 с.
6. ГОСТ 5639-82. Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна. – Введ. 01.01.72. – М.: Изд-во стандартов, 1983. – 38 с.

Реактивы для микроисследования структуры сплавов

Наименование реактива	Состав реактива	Особенности применения реактива
Для травления углеродистых, низколегированных сталей и чугуна		
Спиртовой раствор азотной кислоты (реактив Ржешотарского)	Азотная кислота 1–5 мл, этиловый (или метиловый) спирт 100 мл.	Окрашивает перлит в темный цвет, выявляет границы зерен феррита, структуру мартенсита. Для выявления структуры азотированной и цементированной стали.
Спиртовой раствор пикриновой кислоты (реактив Ижевского)	Пикриновая кислота (кристаллическая) 3–5 мл, этиловый (или метиловый) спирт 100 мл.	
Раствор соляной и пикриновой кислот	Соляная кислота 3 мл, пикриновая кислота 4 г, вода 100 мл.	Для выявления границ зерен в закаленной стали.
Раствор азотной и соляной кислот	Азотная кислота 25 мл, соляная кислота 50 мл, двухромокислый калий 12 г, вода 25 мл.	Для выявления границ зерен в закаленной стали. Травление в реактиве, выдержанном 24–48 ч; время травления 1–2 с.
Для травления высоколегированных сталей		
Раствор азотной и соляной кислот в глицерине	Азотная кислота 10 мл, соляная кислота 20–30 мл, глицерин 30 мл.	Для выявления структуры высокохромистой, быстрорежущей и аустенитной стали в закаленном состоянии.
Солянокислый раствор хлорного железа	Хлорное железо 5 г, соляная кислота 50 мл, вода 100 мл.	Для выявления структуры высоконикелевой нержавеющей стали.
Солянокислый раствор медного купороса (реактив Марбе)	Сернокислая медь 10 г, соляная кислота 50 мл, вода (или этиловый спирт) 50 мл.	Для выявления структуры сложнолегированной аустенитной стали.
Для травления меди и медных сплавов		
Солянокислый раствор хлорного железа	Хлорное железо 10 г, соляная кислота 25 мл, вода 100 мл.	Для выявления структуры меди, латуни оловянной, бронзы и т. д.
Для травления алюминиевых сплавов		
Плавиновая кислота	Плавиновая кислота (48%) 0,5 мл, вода 99,5 мл.	Для выявления структуры дуралюминов и литых сплавов на алюминиевой основе.

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**  
ЮРГИНСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Кафедра «Металлургия черных металлов»

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Лабораторная работа № \_\_

МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

Исполнитель:  
студент гр. \_\_\_\_\_

(подпись) И.О.Фамилия  
(дата)

Руководитель:  
(должность, ученая степень)

(подпись) И.О.Фамилия  
(дата)

Юрга 20\_\_

Учебное издание

ФЕДОСЕЕВ Сергей Николаевич

## **МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ**

Методические указания к выполнению лабораторной работы по дисциплине «Материаловедение» для студентов специальностей 150101 «Металлургия черных металлов», 150202 «Оборудование и технология сварочного производства», 150402 «Горные машины и оборудование», 151001 «Технология машиностроения» очной и заочной формы обучения

Печатается в редакции автора-составителя

**Отпечатано в издательстве ЮТИ ТПУ в полном соответствии с качеством предоставленного оригинал-макета**

Подписано к печати 21.09.12

Формат 60x84/16. Бумага офсетная

Плоская печать. Усл. печ. л. 0,79. Уч.-изд.л. 0,87

Тираж 60 экз. Заказ 1553. Цена свободная.

ИПЛ ЮТИ ТПУ. Ризограф ЮТИ ТПУ.

652050. Юрга, ул. Московская, 17.