

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ, МОЛОДЕЖИ И СПОРТА  
УКРАИНЫ

ХАРЬКОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
имени В. Н. КАРАЗИНА

ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ  
КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВ РЕАКТОРОСТРОЕНИЯ

**Методические материалы  
к выполнению лабораторных работ  
по металлографии**

**ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ  
ДЛЯ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО  
ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ**

Харьков – 2011

Методические материалы к выполнению лабораторных работ по металлографии «Приготовление образцов для металлографического исследования микроструктуры» рекомендованы студентам 4 курса кафедры материалов реакторостроения в качестве учебного пособия при выполнении лабораторных работ по металлографии и при изучении курса «Физические методы исследования твердых тел».

© Харьковский национальный университет имени В. Н. Каразина, 2011

© С.В. Литовченко, Е.А. Доценко, С.Ю. Кочетова:

lytovchenko@pht.univer.kharkov.ua

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ.

Предпосылкой для всех металлографических исследований является изготовление **шлифов**, которые могут быть использованы для микроскопического исследования с помощью светового и электронного микроскопов, для определения микротвердости, а также количественного измерения структурных составляющих и электронно-зондового микроанализа.

Правильное изготовление шлифов имеет чрезвычайно важное значение, поскольку от этого зависит правильность толкования микроструктур. Нельзя заранее предложить оптимальную методику изготовления шлифа, и ни одну из разработанных методик нельзя считать оптимальной.

**Основным моментом** при изготовлении металлографических шлифов является **предотвращение повреждения поверхности** шлифа, заключающегося в изменении микроструктуры поверхностного слоя материала в результате деформации или нагрева.

**Целью** всех стадий изготовления шлифа является **последовательное создание поверхности требуемого качества**. Таким образом, каждая следующая стадия процесса проводится с целью удаления повреждения поверхности, внесенного предыдущей обработкой.

Хорошо приготовленный металлографический **шлиф** должен **удовлетворять ряду требований**.

Прежде всего, он **должен быть типичным** для данного образца материала. На поверхности не должно наблюдаться полированных царапин и ям, а также пятен в результате взаимодействия с жидкостями. Необходимо сохранить после обработки все неметаллические включения и другие

элементы, отличающиеся повышенной хрупкостью. Шлиф должен быть достаточно плоским для исследований при больших увеличениях.

**Изготовление и подготовка металлографических шлифов обычно состоит из 5 основных операций:**

1. Вырезка образца (не обязательно).
2. Закрепление образца или монтирование (не обязательно).
3. Шлифовка.
4. Полировка.
5. Травление (выявление микроструктуры).

**1. Вырезка образцов.** Металлографический образец часто отбирается от большого объема материала. Выбор места вырезки образца диктуется целью исследования.

Используют несколько методов вырезки: резка абразивными кругами; резка пилами, электролитическая, электроискровая резка. Несколько особняком стоит метод исследования по излому. Фрактография – наука об особенностях изломов – изучает их или при малых, или при больших увеличениях в электронном микроскопе с помощью метода реплик. Фрактограммы дают информацию о механизмах разрушения образцов или молотом, или под воздействием постоянного давления. Место разрушения обычно определяется нанесением на образец нажима или надреза.

Если образцы имеют тонкий поверхностный слой, отличающийся от основного металла по структуре и фазовому составу (например, при нанесении покрытий), то готовят новые шлифы, плоскость которых расположена под углом к поверхности образца.

Чаще всего используется искровая резка или резка абразивными кругами. Для резки сталей лучше всего использовать абразивные круги с  $Al_2O_3$ , для цветных металлов – с SiC.

Для мягких материалов используют круги с твердым связующим, а для резки твердых – с мягким связующим.

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

**2. Монтирование образцов.** При исследовании некоторых изделий (тонкие листы, проволока и т.п.) их механическая обработка очень затруднена без применения специальных приспособлений. В таких случаях исследуемое изделие нужно заключить в нейтральную по отношению к нему твердую среду и обрабатывать комбинированный образец как одно целое так, чтобы в плоскость шлифа попало нужное сечение изделия. Закрепление образцов в основном производится для того, чтобы было удобно приготавливать и исследовать шлифы, которые имеют сложную конфигурацию, низкую прочность или неудобные для изготовления размеры. Кроме того, бывает необходимо закрепить приповерхностные слои образцов от разрушения при шлифовке. При использовании различных автоматических установок бывает нужно помещать образцы в держатели специального типа, под которые сконструированы механизмы.

Можно выделить следующие **основные виды закрепления образцов**:

*А). Монтирование с помощью клеящих веществ* – используются в специальных случаях, например, для крепления образцов листового типа, фольги, когда толщина образца много меньше линейных размеров шлифуемой поверхности. Для крепления образца к бруску большего размера из другого материала используют клей, липкую ленту, воск, замазку.

*Б). Монтирование в зажимах* – чаще всего используют для закрепления тонкого листового материала, когда требуется приготовить шлиф по толщине образца. Особенно удобен такой способ крепления при обработке большого количества однотипных образцов. Одним из простейших приспособлений для этой цели является винтовой зажим (струбцина).

Преимущества способа: быстрый монтаж, исключен завал кромок.

Недостатки: скопление в зазорах частиц абразива и жидкости, что может испортить шлиф.

*В). Запрессовка образцов* – образец при нагреве запрессовывается в формовочный материал, например, фенольный бакелит, акриловые смолы. Эти вещества – терморезистивные материалы. Процесс запрессовки осуществляется при совместном воздействии давления и нагрева.

Данный метод закрепления образцов применим только в тех случаях, когда давление и температура не изменяют микроструктуру и не деформируют образец.

В случаях, когда предполагается электролитическая обработка образцов, их удобно запрессовывать в электропроводные прессовки, заранее предусмотрев наличие токоподвода. Большинство формовочных электропроводящих материалов представляет собой смесь металлического порошка (обычно медного или железного) с термопластом. При запрессовке частицы металла обеспечивают хороший контакт с образцом.

*Г). Холодная заделка образцов.* Холодная заделка, по сути может сопровождаться незначительным нагревом.

Холодное монтирование является по существу заливкой. Образец помещается внутрь литейной формы, которая заливается твердеющим веществом. Для заливки используют:

- органические вещества (полиэфирные, эпоксидные, акриловые смолы, зубопротезную пасту АКР и др.);
- неметаллические материалы с низкой  $T_{пл}$ , например, серу;
- сплавы с низкой  $T_{пл}$ , (например, сплав Вуда).

Для качественного приготовления шлифа очень важно правильно подобрать материалы для литейной формы и для заливки. Обычно твердость образца должна быть чуть выше твердости формы и среды. С другой стороны, желательно, чтобы их пластичность была не хуже пластичности образца.

Для детального исследования приповерхностных слоев металла чаще всего используют косые шлифы. Обычно образец располагается в литейной форме под некоторым углом и вертикали. В результате по линии пересечения плоскости полировки с поверхностью образца наблюдается «расширение» сечения, равное косекансу угла поверхности.

Отдельной задачей при подготовке образцов и исследованиям является сохранение плоской поверхности у кромок образца. При шлифовке и полировке между вмонтированным образцом и формировочным материалом неизбежно создается рельеф. Предохранением кромок от заваливания может способствовать одна из трех операций:

- применение «поддерживающего» материала;
- нанесение покрытия перед монтированием;
- введение добавок в формировочный материал.

В большинстве случаев в качестве поддерживающего материала применяют металлические пластинки, прилегающие непосредственно к кромкам образца. Наилучшие результаты получают, когда пластинки сделаны из того же материала, что и образец, или должны обладать такой же способностью к шлифованию и полировке.

Кроме того, поддерживающий материал должен быть сходным с образцом как в отношении к травителям, так и к другим поверхностным методам воздействия, которые предполагается использовать.

Нанесение поверхностных покрытий из соответствующих материалов обычно осуществляется гальванопластикой или химическим осаждением. Чаще всего наносят покрытия из железа, никеля, меди. Чаще применяют двух или более операционное нанесение для обеспечения лучшего сцепления покрытия с образцом. Толщина покрытия 50-150 мкм.

Обычно к формировочному материалу добавляют небольшие твердые частицы у материала, сопоставляемого по свойствам с материалом шлифа. Подходящие добавки-крупинки серого чугуна, стеклянные волокна, частицы окислов или карбидов.

**3. Шлифовка** является наиболее важной операцией в технологии изготовления образцов. Большое значение этой операции состоит в том, что preparator должен внимательно контролировать степень добавляемого механического повреждения поверхности, которое должно быть удалено последующим лакированием.

Абразивные материалы, применяемые при шлифовании, классифицируют по размеру частиц.

Шлифование должно начинаться с **наиболее мелкозернистого материала**, способного за **2-5 мин** создать исходную ровную поверхность образца и устранить эффект вырезки. Каждая последующая операция шлифования сопровождается уменьшением зернистости применяемого абразива.

Практически обязательным условием является применение «мокрого» шлифования, однако используется и сухое.

Для правильного выбора шлифовальных шкурок необходимо знать их маркировку, которая включает:

- Тип (для металлов);
- Способ нанесения абразивного материала;
- Размеры листов (рулонов);
- Марку бумаги-основы;
- Марку абразивного материала;
- Зернистость;
- Тип связи;
- Класс износостойкости.

*Пример:* IЭ620x50 П2 15А 25-НМА ГОСТ... - бумажная шлифовальная шкурка типа I с абразивом, нанесенным электростатическим способом, шириной 620 мм, длиной 50 м; бумага основа марки 0-200, абразив – нормальный электрокорунд марки 15А зернистостью 25-Н на мездровом клее М, класс износостойкости – А.



Принятая классификация абразивных порошков и шлифовальных шкурок по величине зерна приведена в таблице 1.

Таблица 1.

Обозначения зернистости	100	120	150	180	220	240	280	320
Размер зерна абразива, мкм	150-125	125-105	105-75	34-63	75-53	63-42	53-28	42-20
Обозначения зернистости	M-28	M-20	M-14	M-10	M-7	M-8	M-5	
Размер зерна абразива, мкм	28-20	20-14	14-10	10-7	7-5	5-3,5		

Для изготовления металлографических шлифов целесообразно применять водоупорные шкурки на бумаге, изготовленные из зеленого корунда. Эти шкурки выпускаются под маркой КЗ для зернистости 100-320 и под маркой КЗМ для микронной зернистости (например, КЗ-240 и КЗМ-14).

Первичное выравнивание образцов производят на абразивных кругах зернистостью 40-60, избегая нагрева образцов. При шлифовке на этих абразивах образец следует держать в одном положении. При переходе от более грубой бумаги к менее грубой необходимо тщательно мыть в струе воды образец и руки, а также применявшиеся при шлифовке приспособления для того, чтобы исключить возможность переноса частиц крупного образца на мелкозернистую шкурку.

При переходе на более мелкозернистую шкурку необходимо изменять направление обработки поверхности на  $90^{\circ}$ . Это облегчает определение конца шлифовки на данной шкурке. Совершенно недопустим переход от грубых шкурок к самым тонким, т.к. грубые штрихи от предыдущей обработки забиваются порошком мелкого абразива и металлической пылью, что создает ложное впечатление хорошей шлифовки. Для равномерности износа бумаги и исключения односторонней обработки образец при шлифовке следует медленно передвигать между центром и периферией вращающегося диска.

Образцы можно шлифовать также на абразивных порошках или пастах. Шлифовку на порошках проводят на дисках при влажном состоянии абразива такими же приемами, как и шлифовку на шкурках. Суспензию готовят смешиванием воды и порошка в отношении 20:1. Суспензию шлифовального

порошка можно наносить на фетр, сукно или парусину, натянутую на диск станка.

При шлифовке прочных образцов применяют пасты, в которые входят окись хрома и окись алюминия. Состав этих паст приведен в таблице 2.

Пасты не пригодны для грубой шлифовки. До перехода на пасту образец должен быть обработан на грубой шкурке или порошке зернистостью 220. Пасту наносят на бумагу или сукно. Для промежуточной промывки используют керосин.

Таблица 2.

Наименование компонентов	Пасты ГОИ			Пасты хромоалюминивые		
	Тонкая	Средняя	Грубая	Тонкая	Средняя	Грубая
Окись хрома	72	76	86	32	35	37
Окись алюминия	---	---	---	32	35	37
Стеарин (или другие связующие парафины)	24	20	12	30	24	20
Олеиновая кислота	1,8	1,8	---	3	3	3
Керосин	2	2	2	2	2	2
Сода	0,2	0,2	---	1	1	1

**4. Полировка образца.** Полировку металлографических шлифов проводят для устранения имеющихся после неровностей поверхности без деформирования металла. Полировка шлифа может осуществляться *механическим, электролитическим* или *химическим* способами.

При *механической полировке* образцы осторожно обрабатывают весьма тонким абразивом, действие которого принципиально не отличается от действия абразивов при шлифовке. Наиболее часто для металлографической полировки используют окись алюминия, окись хрома, окись железа. Перед приготовлением полирующей суспензии полировальные материалы следует подвергать отмачиванию в больших количествах воды (на 1 литр воды 1-2 грамма порошка), отбрасывая фракцию, осевшую в течение первого часа.

*Механическую полировку* производят на специальном полировальном станке, диск которого обтянут фетром, сукном или бархатом, или вручную.

Сплавы, в структуре которых имеются легко выкрашивающиеся включения, рекомендуется полировать на тканях, лишенных ворса, например, на фетре.

Полировальный диск смачивают полировальной жидкостью, состоящей из воды, в которой во взвешенном состоянии находятся очень мелкодисперсные частицы полировального порошка: окись хрома, окись алюминия, окись железа или другие соединения. Возможно использование суспензий из полировального порошка и органических жидкостей (спирта, керосина, глицерина).

При полировке образец первое время лучше держать в таком положении, при котором направление движения диска перпендикулярно направлению рисок от последней шлифовальной операции. При этом легче уловить момент исчезновения рисок. При обработке на дисках удобнее и безопаснее держать образец на той части диска, которая движется от шлифовальщика. Образец не следует сильно прижимать к диску.

Полировка продолжается 5-10 мин. В конце полировки образец рекомендуется медленно поворачивать против вращения диска. Полировку заканчивают после того, как микрошлиф приобретает зеркальную поверхность. Правильным критерием высокого качества поверхности микрошлифа является отсутствие на ней дефектов в виде рисок.

В ряде случаев, когда механическая полировка не дает удовлетворительных результатов (очень мягкие металлы и сплавы) или ее нельзя применить из-за упрочнения поверхности слоя шлифа, применяют *электролитическую или химическую полировку*.

**5. Оценка качества металлографического шлифа.** Готовый шлиф не должен иметь царапин от шлифовки, посторонних загрязнений, поверхность его должна быть плоской. Небольшой «завал» краев шлифа допустим только в том случае, когда исследование краев не предполагается.

Наибольшей чистоты шлифа следует добиваться при исследовании неметаллических включений. Совершенно недопустимо наличие на шлифе посторонних загрязнений, которые могут быть приняты за неметаллические

включения. Глубина рельефа металлографического шлифа не должна превышать глубины фокуса применяемого объектива. При изучении микроструктуры с увеличением до 100 раз максимальная глубина рельефа не должна превышать 4 мкм. При больших (максимальных) увеличениях возможно допускать глубину рельефа не более 0,5 мкм.

**6. Выявление микроструктуры металлов и сплавов.** Отполированный образец, прежде всего, нужно изучить под микроскопом в нетравленном состоянии. Изучение нетравленного шлифа позволяет определить наличие дефектов (пор, трещин, и т.п.) и неметаллических включений. Поверхность отполированного образца нужно промыть, обезжирить и высушить. Для обезжиривания применяют спирт этиловый ( $C_2H_5OH$ ), спирт метиловый ( $CH_3OH$ ), эфир этиловый ( $C_4H_{10}O$ ), ацетон ( $C_3H_6O$ ).

Образцы промывают в отдельных случаях теми же жидкостями, что и обезжиривают, но чаще всего водой (водопроводной или дистиллированной). После промывки образец высушивают фильтровальной бумагой или подогретым сухим воздухом. Рассматривать нетравленные образцы нужно при двух увеличениях: при малом (50-100) для того, чтобы составить общее представление об образце, и при большом – для изучения нетравленной поверхности, в частности, строение и цвет неметаллических включений изучают при больших увеличениях.

Большинство способов выявления микроструктуры сводится к выявлению границ между фазами, к получению рельефа на поверхности зерен и окрашиванию фаз или структурных составляющих. При этом удается выявить качественное различие фаз, двойниковые образования, блочную структуру и ориентировку зерна относительно плоскости шлифа и взаимную ориентировку зерен.

В настоящее время основными способами выявления микроструктуры являются следующие:

1. Химическое травление растворами.
2. Электрохимическое травление с помощью электротока.

3. «Тепловое травление» действием кислорода воздуха при высоких температурах.
4. При высокой температуре с применением реагентов или в вакууме.
5. Травление в солях при относительно высоких температурах.
6. Катодное травление в вакууме с током высокого напряжения.
7. По различию магнитных и немагнитных фаз при приложении магнитного поля или без него.
8. По изменению объема при вторичных превращениях.

Наибольшее распространение получили первые два способа выявления микроструктуры.

Под действием химических реагентов в чистых металлах и однофазных сплавах, прежде всего, выявляются границы между отдельными зернами. При более длительном интенсивном действии реагента на отдельные зерна выявляются фигуры травления, которые обычно имеют правильную геометрическую форму, отвечающую кристаллическому строению металла.

Принципиальные особенности протекающих при выявлении микроструктуры процессов таковы:

1. Процессы протекают на поверхности металла в течение сравнительно коротких временных отрезков.
2. Их интенсивность связана с различием в природе фаз и агрессивностью воздействующей среды.
3. Процесс воздействия должен быть прерван и не доведен до стадии глубокого разъедания металла.

Ионы металла на границах и внутри зерна различаются уровнями свободной энергии. В электрохимической паре (граница зерна – его поверхность) электродный потенциал на границе имеет более отрицательное значение, чем по зерну. Растворение происходит и по поверхности зерна, однако, с меньшей скоростью, чем на границах. Границы зерен травления обозначаются тонкими темными линиями из-за потери отраженного света в углублениях между зернами, но происходит и растворение слоев металла по

зернам, границы зерен становятся все более углубленными и широкими, травление слоев происходит интенсивно.

В металлах и сплавах с гранцентрированной кубической (ГЦК) и гексагональной плотно упакованной (ГПУ) решеткой при вытравливании границ зерен выявляются также и двойниковые образования, которые под микроскопом обнаруживаются по различию цвета.

Способ нанесения травящего реактива выбирается в зависимости от его состава и состава сплава. Применяется погружение образца полированной поверхностью кверху или книзу, втирание ватой, смачивание поверхности из капельницы или пипетки.

Погружение образца лучше применять при травлении медленно травящихся образцов. Время травления зависит от применяемого увеличения: для малого увеличения следует травить дольше, чем для большого. После травления образцы промывают струей проточной воды и затем сушат (фильтровальной бумагой или струей воздуха). Если образец оказался недотравленным, то необходимо дотравить повторным травлением. Повторное травление должно следовать незамедлительно за первым. Если образец перетравлен, то необходимо споллировать верхний слой металла и снова произвести травление. К числу универсальных травителей относятся спиртовые и водные растворы азотной кислоты.

Однако, для каждого металла и сплава опытным путем подбирается состав для получения наилучших результатов.