

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ ДЕРЖАНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ
З ФІЗИЧНОГО МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА
“КІЛЬКІСНИЙ МЕТАЛОГРАФІЧНИЙ
АНАЛІЗ”**

ХАРКІВ 1997

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ ДЕРЖАНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ
З ФІЗИЧНОГО МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА
“КІЛЬКІСНИЙ МЕТАЛОГРАФІЧНИЙ
АНАЛІЗ”**

Рекомендовано
кафедрою фізики твердого тіла
Протокол № 2 від 23.01.95 р.

Харків ХДУ 1997

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи
з фізичного матеріалознавства "Кількісний метало-
графічний аналіз". Упоряд: Є.Ю. Бадіян, А.Г. Тонкопряд -
Харків: ХДУ, 1997. - 14 с.

Упорядники: Є.Ю. Бадіян
А.Г. Тонкопряд

КІЛЬКІСНИЙ МЕТАЛОГРАФІЧНИЙ АНАЛІЗ

Мета роботи:

Ривчити методи визначення кількісних характеристик мікроструктури:

1. розміра зерна,
2. питомої поверхні розділу фаз і зерен,
3. фазового складу сплаву,
4. хімічного складу сплаву.

В С Т У П

Методи кількісної металографії необхідні для визначення характеристик багатьох важливих особливостей структури: величини зерна однофазних металів; величини включень або зерен окремих фаз, присутніх у сплаві; розмір і розподіл включень різних фаз сплаву; хімічний склад сплаву; площі границь зерен тощо.

Джерелом інформації про параметри просторової будови металів є параметри двовимірної структури, яка вимірюється на поверхні шліфа та кількісно взаємозв'язана з просторовими параметрами. Головними параметрами двовимірної та одновимірної структур є статистичні показники, які характеризують площі або лінійні розміри перерізів мікрочастинок, середні значення поверхневих, лінійних і точкових елементів структури на одиницю площі шліфа, середнє значення точок перетину січної лінії з лінійними елементами двовимірної структури на одиницю довжини січної та інші.

Майже всі методи, які застосовуються в кількісному металографічному аналізі, є статистичними, звідси точність вимірювань залежить від їх кількості. Для кожного методу існує розрахункова границя числа вимірювань, коли помилка стає незначною ($\sim 0.1\%$)

І. ВИЗНАЧЕННЯ ВЕЛИЧИНИ ЗЕРНА

Розмір зерна може бути визначений методом порівнянь видних під мікроскопом зерен з еталонними зображеннями методом підгалунку зерен, які належать певній одиниці поверхні шліфа; вимірювання середнього умовного діаметра зерна або кількості зерен в 1 мм^3 .

1.1. МЕТОД ВІЗУАЛЬНОЇ ОЦІНКИ РОЗМІРУ ЗЕРНА (метод порівнянь)

Для визначення розміру зерна мікроструктуру, досліджувану в окулярі мікроскопа або на матовому склі, або мікрофотографію структури при збільшенні $\times 100$ зрівнюють з еталонними або стандартними шкалами і визначають номер або бал зерна.

Шкали складені таким чином, що при збільшенні $\times 100$ номери зерен G відповідають числовим показникам розміру зерна за рівнянням:

$$m = 8.2^G \quad (1.1.)$$

де m - число зерен в 1 мм^2 площі шліфа [1,2].

Еталони являють собою круги діаметром 79.8 мм , що відповідають площі на шліфі 0.5 мм^2 при збільшенні 100 разів, які відмінні один від одного числом зерен на одиницю площі. На еталонних шкалах наведені мікроструктури з різною величиною зерна, які оцінюються номером. Всього є 18 номерів зерна: від -3 до $+14$. Якщо розмір зерна в зразку виходить за межі еталонів шкали з номерами $\# 1-10$, то користуються іншими збільшеннями, перераховуючи їх по відповідній таблиці ГОСТа.

Визначивши до якого номера шкали більше всього підходить розмір зерна досліджуваного зразка, за допомогою спеціальних таблиць [1, 2] визначають кількісні характеристики мікроструктури: значення площі одного зерна в мм^2 , кількість зерен на площі 1 мм^2 , середню кількість зерен в 1 мм^3 , середній діаметр зерна за розрахунком в мм і середній умовний діаметр зерна в мм .

1.2. МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ВЕЛИЧИНИ ЗЕРНА ЗА РОЗРАХУНКОМ КІЛЬКОСТІ ЗЕРЕН, ЯКІ ЗНАХОДЯТЬСЯ НА ОДИНИЦІ ПОВЕРХНІ ШЛІФА

На матовому склі мікроскопа або на мікрофотографії вибирають характерне поле зору, яке відповідало б визначеній площі поверхні шліфа. Так, при збільшенні $\times 100$ площа шліфа, яка дорівнює 0.5 мм^2 , буде обмежена колом діаметром 79.8 мм , або квадратом із сторонами 70.7 мм . Число зерен повинно бути не менше 50 ; якщо їх всеж таки менше, то необхідно застосувати менше збільшення. На вибраній площі підраховують спільне число зерен за формулою:

$$n = n_1 + 0.5 n_2 \quad (\text{для круга}) \quad (1.2.)$$

$$n = n_1 + 0.5 n_2 - 1 \quad (\text{для квадрата або прямокутника}) \quad (1.3.)$$

де n_1 - число цілих зерен в середині вибраної фігури,

n_2 - число зерен, перетнутих її границями.

Число зерен, що розташовані на 1 мм² площі поверхні шліфа, дорівнює

$$m = 2n \quad (1.4.)$$

При збільшенні, яке відмінно від 100,

$$m = 2 \left(\frac{g}{100} \right)^2 n_g \quad (1.5.)$$

де g - застосоване збільшення,

n_g - число зерен, підраховане при цьому збільшенні.

Підрахунок зерен проводять не менш ніж для трьох характерних полів зору та визначають середнє арифметичне значення $m_{\text{сер.}}$. Середню площу перерізу зерна ($F_{\text{сер.}}$) та середній діаметр ($d_{\text{сер.}}$) визначають за формулами:

$$F_{\text{сер.}} = \frac{1}{m}; \quad d_{\text{сер.}} = \frac{1}{\sqrt{m}} \quad (1.6.)$$

Якщо на матовому склі або мікрофотографії відшукати квадрат площев S_1 , відміннов від 0.5 мм², то необхідно виміряти лінійною стороною квадрата та визначати істинну площу квадрата на шліфі за формулою:

$$S_{\text{іст.}} = \frac{S_1}{g^2} \quad (1.7.)$$

Тоді кількість зерен, які знаходяться на одиниці площі шліфа:

$$m = \frac{n_{\text{сер.}}}{S_{\text{іст.}}} \quad (1.8.)$$

де $n_{\text{сер.}}$ - кількість зерен у квадраті.

Середня площа зерна дорівнює

$$F_{\text{сер.}} = \frac{S_{\text{іст.}}}{n_{\text{сер.}}} \quad (1.9.)$$

Кількість зерен в одиниці об'єму

$$n_V = m^{3/2} \quad (1.10.)$$

1.3. ВИМІРЮВАННЯ СЕРЕДНЬОГО УМОВНОГО ДІАМЕТРА ЗЕРНА АБО КІЛЬКОСТІ ЗЕРЕН В 1 мм³

Якщо структура рівновісна, то на мікрофотографії або на матовому склі необхідно провести в різних напрямках декілька прямих ліній довільної довжини (рис.1). При вибранному збільшенні на досліджуваній поверхні необхідно, щоб було не менше 50 зерен.

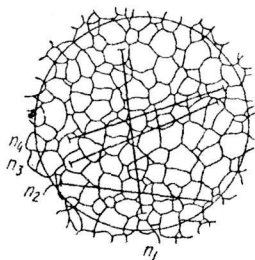


Рис.1. Вимірювання середнього умовного діаметра зерна.

Кожна лінія повинна перетинати не менше 10 зерен. Підраховують точки перетину прямих ліній із границями зерен. Якщо кінці ліній закінчуються на самому зерні, а не на границі, то два кінцевих зерна приймаються за одне. Потім визначають сумарну натуральну довжину відрізків в мм $\sum L$ та сумарне число перетнутих зерен $\sum n$. Умовний діаметр зерна $d_{ум.}$ визначається із відношення:

$$d_{ум.} = \frac{\sum L}{\sum n} \quad (I.II.)$$

По відповідним таблицям визначають номер зерна.

Якщо структура дрібнозерниста або крупнозерниста, то визначення проводять при збільшенні, яке більше або менш 100 відповідно. У цьому випадку для визначення натуральної довжини відрізків вимірну довжину розділяють на збільшення, яке застосовується, інші визначення проводять так, як і попередні. Точність вимірювань залежить від кількості проведених ліній і полів зору та зростає при їх збільшенні. Кількість полів зору повинна бути не менше трьох.

Результати обчислювань необхідно записати у вигляді таблиці I:

№ поля зору	Збільшення	n_1	n_2	Загальна кількість зерен N на площі 0.5 мм ²	кіль. зер. на 1 мм поверх. шліфа, m	серед. площа зерна $F_{сер.} = \frac{1}{m}$	число зерен на од. площі об'єкта n_v	умовний діаметр зерна $d_{ум.}$

2. ВИЗНАЧЕННЯ ПИТОМОЇ ПОВЕРХНІ РОЗДІЛУ ФАЗ І ЗЕРЕН

Сумарна площа границь розділу фаз або зерен в одиниці об'єму V зразка називається питомою граничною поверхнею розділу ΣS . Для визначення питомої поверхні розділу застосовують метод випадкових січних і метод Кайзера.

2.1. МЕТОД ВИПАДКОВИХ СІЧНИХ

Метод випадкових січних, який застосовується для вимірювання питомої протяжності ліній на площині, розроблений С.А. Салтиковим, заснований на тому, що сумарна площа поверхонь в одиниці об'єму (ΣS) дорівнює подвоєному числу точок перетину випадкових січних ліній з цими поверхнями розділу зерен або фаз, які відносяться до одиниці довжини січних:

$$\Sigma S = 2m, \quad (2.1.)$$

де m - середнє число точок перетину, мм^{-1} , яке вимірюється із відношення:

$$m = \frac{\Sigma K}{\lambda \cdot z}, \quad (2.2.)$$

де K - сумарна кількість точок перетину в усіх полях зору,
 z - число полів зору,
 λ - довжина січної.

Це відношення дійсне, якщо січні лінії зорієнтовані в просторі випадково, внаслідок чого рівномірний будь який кут зустрічі в просторі січної лінії з площадкою межуючих поверхонь.

При аналізі структури за допомогою метода випадкових січних можна структуру продивлятися через окуляр-мікрометр (окуляр із хрестом ниток), при цьому неперервно переміщуючи шліф прямою за допомогою мікрометричного гвинта, або на матове скло мікроскопа наносять пряму лінію, або коло, або спіраль.

Найбільш точний результат одержують при рівномірному розподілі січних по шліфу.

Визначити величину питомої поверхні:

- a) Роль січної може грати окуляр із січною - мікрометром або, якщо зображення перевести на матове скло, квадрат із відомим периметром або його сторона.
- б) Відрахувати число перетинів K із січною λ в декількох

поля зору з тим, щоб спільне число перетинів було не менше 100.

п) Розрахувати дійсну довжину січної $L_{\text{дійсн.}}$

$$L_{\text{дійсн.}} = \frac{\lambda \cdot Z}{M}, \quad (2.3.)$$

де M - збільшення.

г) Розрахувати середнє число точок перетинів на одиниці довжини січної m (за ф-ю 2.2.) та підрахувати ΣS (за ф-ю 2.1.)

Одержані результати записати у вигляді таблиці 2.

№ поля зору	K	λ	M	$L_{\text{дійсн.}}$	m	ΣS , мм ⁻¹	
						м-д випадкових січних	м-д Кайзера

2.2. МЕТОД КАЙЗЕРА

Метод Кайзера полягає в тому, що якщо невідоме число зерен в 1 мм³, яке дорівнює n_V , то можна наближено визначити питому поверхню зерен в зразку за формулою:

$$\Sigma S = \gamma \sqrt[3]{n_V}, \quad (2.4.)$$

де γ - числовий коефіцієнт, який залежить від форми зерна. Якщо припустити, що зерна мають форму ромбічного додекаедра, то $\gamma \approx 2.67$. Для розрахунку ΣS по Кайзеру слід взяти дані із таблиці 1.

Результати розрахунків занести до таблиці 2.

3. ВИЗНАЧЕННЯ ВІДНОСНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ФАЗ У СПЛАВІ

Головний принцип, на якому базується визначення відносної концентрації фаз у багатофазних сплавах, полягає в тому, що об'ємна частка даної фази дорівнює відносній площі, яку займає ця фаза в довільному плоскому перерізі зразка, а також частку її на довільній лінії, яка проходить через зразок сплаву.

3.1. ЛІНІЙНИЙ МЕТОД (метод Розивалля)

Лінійний метод визначення фазового (структурного) складу

сплава зводиться до вимірення та підсумування довжин відрізків прямої лінії, яка проходить через дану фазу (або структурну складову), на визначеній довжині січної прямої. Сутність лінійного методу заключається в тому, що видима в мікроскопі або на мікрофотографії структура, яка складається із довільної кількості фаз, перетинається прямою лінією або рядом ліній (рис.2). Якщо окремо підсумувати довжини відрізків, які потрапили на кожну із фаз структури $\sum a_i$, та розділити суми на спільну довжину січних ліній L , то одержані частинні будуть відповідати часткам площі шліфа або об'єма сплаву, які займають кожна із цих фаз. Точність метода тим вища, чим довші січні лінії, які проведені на шліфі або мікрофотографії. Лінії можна провести довільно, необхідно, щоб вони охоплювали всю площу, яку ми аналізуємо і були рівномірно по ній розподілені, тільки так можна одержати результат потрібної точності та достовірності.

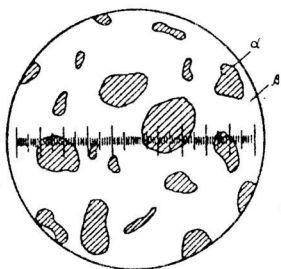


Рис.2. Схема визначення об'ємної частки α фази в β -матричному розчині лінійним методом.

Практично лінійний метод може бути здійснений за допомогою звичайного об'єкт-мікромметра. Елементи структури вимірюються таким чином (див. рис.2.). Сумарна довжина відрізка вісьової лінії об'єкт-мікромметра, яка лежить на заштрихованій фазі (a), дорівнює $\sum a_i$, тоді об'ємний зміст фази a в сплаві вимірюють за формулою:

$$V_a = \frac{\sum a_i \cdot 100\%}{L}, \quad (3.1.)$$

де L - довжина шкали об'єкт-мікромметра.

Якщо число складових фаз в сплаві більше двох, вимірюють та підсумовують довжини відрізків вісьової лінії лінійки для кожної із них. При цьому фазу з найбільшою об'ємною часткою одержують різницею суми об'ємних часток залишившихся фаз із 100%. Довжини відрізків оцінюють цілим числом поділок, при цьому похибка вимірювання тим менша, чим довші відрізки, тобто чим крупніша структура і більше збільшення.

Якщо відомі густини фаз, які входять до сплаву (ρ_α, ρ_β).

можна розрахувати вагову кількість фаз, наприклад, α за формулою:

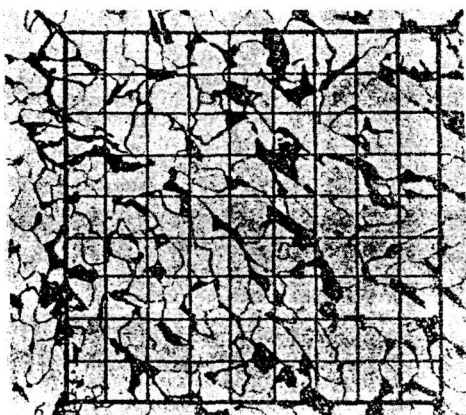
$$P_{\alpha} = \frac{V_{\alpha} \cdot \rho_{\alpha}}{V_{\alpha} \cdot \rho_{\alpha} + V_{\beta} \cdot \rho_{\beta}} \quad (3.2.)$$

Точність лінійного методу залежить від числа вимірених в процесі аналізу відрізків, а також залежить від об'ємної частки структурної складової або фази, її дисперсності.

3.2. ТОЧКОВИЙ МЕТОД (метод Глаголева)

Цей метод кількісного аналізу заключається в тому, що частка хаотично нанесених на мікрофотографію точок, які є на зображенні досліджуваної фази, дорівнює об'ємній частці (або частці площі) цієї фази. Об'ємна частка фази α задається часткою точок, які попали в ділянки, зайняті досліджуваною фазою.

На практиці застосовується впорядкована система точок у вигляді прямокутної сітки (рис.3). При цьому мається на увазі, що мікроструктурні складові розташовані хаотично, а відстань між вузловими точками в сітці була більшою по зрівнянню із розмірами структурних складових, які вивчаються. Об'ємна частка V_{α} фази α визначається із співвідношення:



$$V_{\alpha} = \frac{n_{\alpha}}{N} \cdot 100\% \quad (3.3.)$$

де n_{α} - число точок, які потрапили на ділянки фази α ,
 N - спільне число вузлових точок в сітці.

Рис.3. Ілюстрація застосування точкового методу.

Якщо число структурних складових більше двох, підраховують окремо кількість вузлових точок, які потрапили на кожен із структурних складових в сплаві.

І для лінійного, і для точкового аналізу помилка визначення прямує до нуля при необмеженому зростанні числа точок або відрізків, які перетинають ділянки фаз.

Результати визначення об'ємного вмісту фаз в сплаві необ-

відно занести до таблиці 3:

поле зору		Лінійний метод†			Точковий метод		
$\frac{N}{n}$	L	Σa	$\Sigma a_{сер}$	V_d	N	n_d	$n_{сер}$
V_d							

4. ВИЗНАЧЕННЯ ХІМІЧНОГО СКЛАДУ СПЛАВУ

Хімічний склад сплаву можна визначити, якщо відомі хімічні склади фаз або структурних складових сплаву.

Якщо сплав складається із двох фаз (структурних складових) а процентний вміст одного із компонентів A в фазі $\alpha - C_A^\alpha$, а в фазі $\beta - C_A^\beta$, то концентрація компонента A в сплаві може бути розрахована за формулою:

$$C_A = \frac{C_A^\alpha \cdot P_\alpha + C_A^\beta \cdot P_\beta}{100}, \quad (4.1.)$$

де P_α та P_β - вагові кількості фаз α та β у сплаві у відсотках відповідно.

Можна розв'язати і обернену задачу. Якщо відомий вміст одного із компонентів у сплаві, то можна визначити вміст структурних складових сплаву, застосувавши вираз (припустимо, що питома вага фаз близька):

$$C_A = \frac{C_A^\alpha \cdot S_\alpha + C_A^\beta \cdot S_\beta}{100}, \quad (4.2.)$$

де S_α та S_β - площі, які займаються фазами α та β на мікрошліфі і виражені у %.

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Визначити розмір зерна зразка, виготовленого при виконанні роботи №1, або запропонованого викладачем, методами, які описані у розділі I. Одержані дані занести до таблиці I. Порівняти та проаналізувати результати, одержані різними методами.

2. Визначити питому поверхню границь зерен в однофазному зразку (із числа зразків, підготовлених у роботі №1) та поверхню розділу фаз у двофазному зразку, запропонованого викладачем. Одержані результати подати у вигляді таблиці 2. Проєкти

порівняльний аналіз даних, які одержані різними методами.

3. Визначити кількісне (об'ємне і вагове) співвідношення фаз у двохфазному зразку, застосовуючи точковий і лінійний методи. Одержані результати записати до таблиці 3. Зіставити результати, одержані різними методами.

З В І Т

1. Звіт повинен увібрати в себе описи методів кількісного металографічного аналізу.
2. Результати кількісних розрахунків повинні бути подані у вигляді таблиць.
3. Мікроструктура вивчених зразків повинна бути замальована або сфотографована.

ЛІТЕРАТУРА:

1. Ю.А.Геллер, А.Г.Рахштадт. Материаловедение/—М.:Металлургия, 1989.— 456 с.
2. Материаловедение и термическая обработка стали./Под ред. Бернштейна М.А., Рахштадта А.Г. — Т.І. Методы испытаний и исследования. Кн.І.— М.:Металлургия, 1991.— 304 с.
3. Справочник по практическому материаловедению/Пилиушенко В.Л., В.В.Винокур, С.Е.Кондратьев и др.— К.: Техніка, 1984.— 136 с.
4. Приборы и методы физического материаловедения./Под ред. Ф.Вейнберга.— Вып.І.— М.: Мир, 1973.— 427 с.

Навчальне видання

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ
З ФІЗИЧНОГО МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА
“КІЛЬКІСНИЙ МЕТАЛОГРАФІЧНИЙ
АНАЛІЗ”**

Упорядники: Бадзян Євген Юхимович

Тонкопряд Алла Григорівна

Безкоштовно

Відповідальний випусковий А.Ф. Сіренко

План 1997.

Тираж 100.

ХДУ, 310077 Харків, пл. Свободи, 4

Видавницький центр ХДУ