

# СПРАВОЧНИК

## СПРАВОЧНИК ПО ПРАКТИЧЕСКОМУ МЕТАЛЛОВЕДЕНИЮ

---



Киев  
«Техніка»  
1984

СПРАВОЧНИК

---

**СПРАВОЧНИК  
ПО  
ПРАКТИЧЕСКОМУ  
МЕТАЛЛОВЕДЕНИЮ**

**Киев  
«Техніка»  
1984**

34.2я2  
С74

**Справочник** по практическому металлостроению / В. Л. Пилюшенко, Б. Б. Винокур, С. Е. Кондратюк и др.— К. : Техніка, 1984.— 135 с., ил.— Библиогр.: с. 131—133.

В пер.: 1 р. 10 к. 8500 экз.

Приведены данные по широкому кругу вопросов металлостроительского анализа и исследования качества стали и сплавов, по применению физических методов в практике работы инженеров-металлостроителей и статистических методов в количественной металлографии. Даны методики комплексного исследования природы дефектов, причин разрушения, контроля металла, слитков и сварных соединений.

Предназначен для инженерно-технических и научных работников черной металлургии, может быть полезен студентам вузов.

2605000000-142  
С  $\frac{M202(04)-84}{74.84}$

34.2я2

Авторы: В. Л. Пилюшенко, Б. Б. Винокур, С. Е. Кондратюк, Е. Л. Зац,  
Р. А. Пилюшенко, Л. Н. Кологривова

Рецензенты д-р техн. наук М. В. Белоус, канд. техн. наук М. С. Подгайский

Редакция литературы по тяжелой промышленности  
Зав. редакцией А. Е. Найдек

**Б** ыстрые темпы развития науки и техники, рост и усложнение экономики, многоотраслевое народное хозяйство со сложными производственными связями выдвигают требование дальнейшего совершенствования управления экономикой в самом широком смысле слова, внедрения эффективных методов планирования и организации управления качеством продукции и труда.

Решение этой задачи связано с разработкой и применением новых материалов, в том числе различных марок стали и сплавов. Постоянно повышающиеся требования к качеству стали и сплавов требуют совершенствования методик исследования и контроля свойств.

Наличие большого количества методик для исследования различных свойств стали и сплавов и их применение без достаточного научного обоснования часто приводит к тому, что объем исследований сильно увеличивается, усложняется труд исследователя и излишне загружается оборудование.

Пособием в повседневной работе инженерно-технических работников лабораторий может служить «Справочник по практическому металлосведению», в котором собраны основные сведения по практическим навыкам подготовки образцов, макро- и микроанализа структуры металла, анализа изломов, применения основных методов в металлографии, методик количественного анализа и комплексного исследования качества слитка, причин разрушения деталей и сварных соединений. Многолетний опыт работы авторов на металлургических, машиностроительных заводах, в НИИ и вузах показал, что отсутствие такого пособия сдерживало и сдерживает расширение массового использования новых методов исследования, а следовательно, создание и внедрение новых материалов для различных отраслей новой техники. Описанные методики помогут читателю более целенаправленно спланировать работу и получить достоверные результаты.

Отзывы о книге и пожелания просим направлять по адресу: 252601, Киев, 1, Крещатик, 5, издательство «Техніка».

## МАКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

При макроанализе одновременно просматривается большая поверхность, что позволяет получить общее представление о строении металла. В ряде случаев макроанализ помогает выбрать те участки, которые в дальнейшем подвергаются микроскопическому исследованию. Макроанализ позволяет определить нарушение сплошности металла, строение сплавов, химическую неоднородность и неоднородность, вызванную термической, химико-термической и термомеханической обработкой.

### ОТБОР ПРОБ И ИЗГОТОВЛЕНИЕ МАКРОТЕМПЛЕТОВ

Образцы для макроанализа вырезают из наиболее характерных участков. Например, при анализе разрушения макрошлиф должен быть с теми дефектами, которые послужили предполагаемой причиной разрушения. При контроле качества металла количество проб и места их отбора указываются в стандартах на отдельные виды металлопродукции. В случае отсутствия рекомендаций пробы отбирают от наиболее загрязненных участков слитка (его подприбыльной и донной частей).

Отбор проб зависит от технологии выплавки и разливки металла. При разливке сверху рекомендуется контролировать заготовки от первых и последних по времени разливки слитков. В случае разливки сифоном отбираются заготовки от первого и последнего сифонов. Для контроля качества металла из вакуумно-индукционных печей используются темплеты от заготовки подприбыльной части слитка, при контроле металла вакуумно-дугового или электрошлакового переплавов — темплеты от верхней и нижней заготовок одного или двух слитков от партии плавки.

При контроле плавок, разделенных при производстве заготовок на несколько партий по размерам, пробы отбирают от заготовок с максимальным сечением. Положительные результаты контроля данной плавки в этом случае распространяются на все партии меньшего размера.

Пробы для контроля на флокены рекомендуется отбирать от любой заготовки после окончания полного цикла режима охлаждения или термической обработки для каждой партии или плавки. При одновременном охлаждении или термообработке заготовок различных сечений пробы необходимо отбирать от заготовок максимального сечения. Темплеты рекомендуется вырезать на расстоянии не менее одного диаметра (стороны квадрата) от края заготовки. Длина проб для контроля на флокены должна быть не менее двух—четырёх диаметров (сторон квадрата).

Направление вырезки макротемплета выбирается в зависимости от цели анализа. При изучении строения слитка обязательны продольный осевой разрез и изготовление поперечных темплетов под усадочной раковинной и в донной части слитка. Макроструктуру прокатных заготовок, как правило, изучают в поперечном сечении, структуру поковок — в поперечном или продольном сечении. Флокены контролируют на поперечном темплете или на продольных изломах, полученных на надрезанных темплетах после закалки.

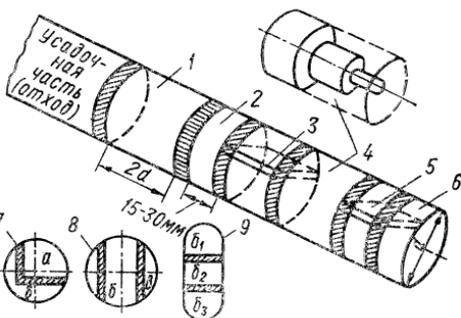
При изучении макроструктуры на кованных пробах от контролируемой заготовки отбирают кусок длиной не менее одного диаметра (стороны квадрата) и перековывают его на размер 60—140 мм (если размеры не оговорены документацией). Образцы для контроля вырезаются из средней части кованой пробы. При контроле макроструктуры на продольных темплетах образцы вырезаются параллельно направлению прокатки (ковки). Плоскость шлифа в этом случае должна совпадать или быть близкой к осевой плоскости контролируемой заготовки. Рекомендуемая высота темплетов 15—30 мм. Для отбора образцов

пригодны все способы, не вызывающие изменения структуры,— фрезерование, строгание, сверление, резка. При резке абразивными кругами необходимо надежное охлаждение водой или эмульсией, чтобы температура в месте резки не превышала 50—60 °С. Можно использовать бездеформационные способы резки — электроэрозионную, химическую и др. При газовой кислородной резке необходимо оставлять припуск 20—50 мм для удаления холодной обработкой зоны термического влияния.

Обработка макрошлифа зависит от характера исследуемой неоднородности. Чем тоньше детали структуры, которые необходимо выявить макроанализом, тем чище должна быть подготавливаемая поверхность. Чистота поверхности достигается шлифованием на станках (с обильным охлаждением), а иногда и тонкой шлифовальной бумагой. Со шлифованной поверхности удаляются следы грязи, масла и т. п. После механической обработки, особенно мягких материалов, ряд дефектов может

Рис. 1. Схема вырезки темплетов для контроля макроструктуры катаной заготовки:

1 — проба на осадку; 2 — поперечный темплет для контроля макроструктуры; 3 — продольный темплет; 4 — проба для контроля на волосовины; 5 и 6 — продольный и поперечный темплеты для контроля на флокены; 7, 8, 9 — схема разрезки темплетов; а, б, в — исследуемые части металла.



быть «закрыт» вследствие значительной пластической деформации поверхности. Такие дефекты можно выявить только травлением.

Примерная схема отбора темплетов для макроконтроля показана на рис. 1. В случае необходимости образцы от заготовок и слитков крупного сечения разрешается резать на части при условии сохранения осевой зоны. Травить и оценивать необходимо все части образца.

Макроструктуру по излому контролируют на образцах, надрезанных с одной или двух сторон. Глубина и форма надреза должны гарантировать прямолинейный излом без смятия. Площадь излома должна составлять не менее  $\frac{1}{2}$  площади сечения заготовки. Образец или заготовка разрушаются с максимальной скоростью и большой осредоточенной нагрузкой.

## МАКРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Методы изучения макроструктуры подразделяются на три основные группы — глубокого травления, поверхностного травления и отпечатков. Макроскопические методы травления дают информацию о состоянии материала, дефектах, связанных с его получением и обработкой.

**Методы травления.** Для травления следует использовать ванны, изготовленные из материалов, не вступающих в реакцию с применяемыми травильными растворами (нержавеющая сталь, керамика, каменное литье, кислотостойкая резина, свинец и др.). Темплеты при травлении не должны соприкасаться контролируемыми плоскостями друг с другом и со стенками ванны. Небольшое снижение концентрации кислоты за время травления обеспечивается необходимым количеством раствора. Для этого необходимо ориентировочно на 10 см<sup>2</sup> площади образцов 100 см<sup>3</sup> раствора, а на 100 см<sup>2</sup> — 500 см<sup>3</sup>. Применяемые реактивы должны быть чистыми, светлыми, без взвешенных частиц и пены. При сильном растравливании металла (потемнение поверхности, появление пор по всему сечению и т. п.) испытание на тех же темплатах можно повторить только после снятия поверхностного слоя на глубину не менее 2 мм.

Глубокое травление позволяет выявить различного вида трещины, обезуглероженный слой, науглероженные и азотированные слои, сегрегации вредных примесей, дендритную структуру. После глубокого травления макрошлиф имеет

реалистичную поверхность, на которой видны элементы макроструктуры и дефекты. Различные глазами дефекты (грубые трещины, усадочные раковины, газовые пузыри, закаты) оцениваются однозначно. Сегрегации, химическая неоднородность, усадочные раковины могут вызвать кажущуюся пористость. Травмостойкость стали увеличивается с повышением содержания углерода до эвтектидного.

Реактивы для глубокого травления состоят, главным образом, из концентрированных кислот, их смесей и различных добавок к ним. Для макротравления применяют технические кислоты. Сопоставимые результаты при макротравлении разных шлифов обеспечиваются постоянной концентрацией компонентов реактива, температурой и длительностью травления. Многократное использование одного и того же раствора изменяет его травящее действие.

После травления остатки кислот удаляют с помощью щетки под струей воды либо в кипящей воде. От коррозии

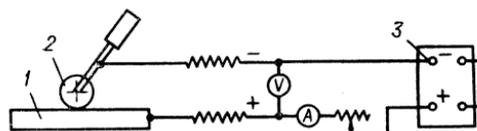


Рис. 2. Схема установки для электролитического травления макротемплетов.

травленный шлиф защищается погружением его в 5—20%-ный раствор цитрата натрия или аммония, или промывкой этим раствором поверхности, после чего шлиф очищается щеткой, промывается водой и медленно подсушивается.

Усиление контраста картины травления достигается протиранием протравленного шлифа мелкой наждачной бумагой или мягкой резиной. При этом повышается коррозионная стойкость металла. Тонкие элементы травления более четко выявляются перекистью водорода либо парами хлора, брома, йода с последующей обработкой поверхности цитратными растворами. Для защиты и сохранения картины травления поверхность шлифа покрывают бесцветным лаком.

Поверхностное травление позволяет лучше выявить отдельные детали структуры, а также проводить последующее микроскопическое исследование. Поэтому поверхностное травление требует более тщательной подготовки поверхности шлифа (тонкое шлифование), особенно для оценки размеров зерен, установления разноразмерности, направления роста зерна и других параметров структуры. Применяемые реактивы в большинстве случаев являются универсальными, т.е. пригодны для глубокого и поверхностного травления. Большинство реактивов для общего исследования выявляет сегрегации, хотя для специального травления на сегрегации существуют специальные реактивы.

Протравливание трещин, возникших в процессе шлифовки или закалки, в концентрированных кислотах нецелесообразно, так как может быть искажена первоначальная картина. В этом случае используют 10—15%-ный спиртовой или водный раствор  $\text{HNO}_3$  или  $\text{HCl}$ . Хорошие результаты получают при травлении насыщенным раствором  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ .

В табл. 1 приведены некоторые составы реактивов, используемых для макротравления сталей различного назначения. Травители для специальных сталей, чугунов, легких и тяжелых сплавов даны в работах [3; 4; 30; 44; 55; 73]. Травление для выявления флокенов требует тщательной подготовки поверхности шлифовкой с обязательным обезжириванием бензином, ацетоном, спиртом. Темплет травят в 15%-ном растворе персульфата аммония в течение 15 мин, затем его переносят в 10%-ный раствор азотной кислоты и травят 15—20 мин. После окончания травления поверхность темплета промывается водным раствором щелочи и протирается насухо. Предварительно темплет осматривают сразу после травления, окончательно — через 18—24 ч.

Электрохимическое травление макротемплетов осуществляется на установке, схема которой показана на рис. 2. Темплет 1 является анодом и присоединяется к положительному полюсу источника тока 3. Подвижный электрод 2 является катодом и периодически смачивается электролитом следующего состава: 200 г медного купороса, 1000 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и 1000 см<sup>3</sup> воды. Рекомендуется режим травления: напряжение 15 В, ток 0,4—0,5 А на один сантиметр ширины темплета, длительность травления от 15 мин до 2 ч в зависимости от размеров темплета. Выпавшая из электролита медь удаляется

## 1. Реактивы для макротравления

Состав реактива	Способ применения	Применение для выявления
10—25%-ный водный раствор азотной кислоты	Травление на холоду с помощью тампона или погружением шлифа в реактив на 3—30 мин с последующей тщательной промывкой	Макроструктуры углеродистых и легированных сталей, литейных и сварочных неоднородностей, трещин, пузырей, флокенов
50%-ный водный раствор соляной кислоты	Травление при 60—80 °С в течение 15—60 мин, нейтрализация в теплом растворе соды, промывка и сушка, удаление появляющегося налета	Дендритной структуры, ликвационных участков, трещин, флокенов в углеродистых и легированных сталях
5—20%-ный водный раствор серной кислоты	Травление при 60—70 °С в течение 2 ч, в холодном растворе — дольше Холодное травление в течение 5 мин	Макроструктуры углеродистых и легированных сталей Дефектов макроструктуры, крупных включений, сегрегаций
10 мл азотной, 20 мл соляной, 10 мл серной кислот, 60 мл воды 25 мл соляной, 35 мл серной кислот, 100 мл воды	Травление при 70—90 °С в течение 20—60 мин, промывка горячей водой, нейтрализация раствором соды	Дендритного и волокнистого строения, пористости, сегрегаций в углеродистых и легированных сталях
100 мл соляной кислоты, 25 г двуххромового калия, 100 мл воды 15%-ный водный раствор персульфата аммония	Травление при 60—70 °С в течение 30—60 мин 1. Травление макрошлифа при 70—90 °С, через каждые 3—5 мин снятие ваткой под струей воды налета. После промывки и сушки для увеличения контраста травление 1—2 мин в 5%-ном водном растворе азотной кислоты с протиркой наждачной бумагой и последующее однократное холодное травление в растворе персульфата аммония, промывка и сушка 2. Травление 2—10 мин в холодном растворе, снятие налета, промывка, травление в 10%-ном водном растворе азотной кислоты	Макроструктуры нержавеющей ферритных и аустенитных сталей Неоднородности литой стали, сварки, дендритной и зернистой структур, тонких трещин в углеродистых и легированных сталях
50—100 мл насыщенного раствора хромпика, 10 мл воды 200 г хлорного железа, 300 мл азотной кислоты, 100 мл воды. Азотную кислоту добавляют к раствору соли	Холодное травление Травление с помощью тампона в течение 1—5 мин, промывка, снятие ваткой налета	Зернистой структуры трансформаторных сталей Макроструктуры углеродистых, низко- и среднелегированных, высокохромистых, высокомарганцевых, хромоникелевых аустенитных сталей и сварных швов

Состав реактива	Способ применения	Применение для выявления
30 г хлорного железа, 100 мл соляной кислоты, 0,5 г хлорной меди, 1000 мл воды	Травление с помощью тампона (нанесение на шлиф новых порций реактива)	Макроструктурной неоднородности
1 г хлорной меди, 0,5 г пикриновой, 1,5—2,5 мл соляной кислот, 10 мл воды, 100 мл этилового спирта	Нанесение реактива на поверхность шлифа на время до 1 мин. Образующийся осадок меди смывается аммиаком	Макроструктурной неоднородности
1—2%-ный раствор сернистой меди	Погружение в реактив на время от 30 мин до нескольких часов	Дендритной структуры
Раствор А: 8—12%-ный водный раствор хлористо-аммиачной меди.	Погружение шлифа на 10—30 мин поверхность вверх в раствор А, затем на 20—30 мин в раствор Б, снова травление раствором А в течение 3 мин с добавкой 10—15 мл соляной кислоты	Дендритной структуры углеродистых и легированных сталей, неоднородностей при сварке, обработке
Раствор Б: 8—12%-ный водный раствор хлористо-аммиачной меди и 3—5%-ный водный раствор соляной кислоты	Травление шлифа в течение нескольких часов в растворе А, протирка наждачной бумагой и травление 30—50 с в растворе Б. Удаление налета раствором аммиака. Допускается 3—4-кратное попеременное травление в обоих растворах в течение 5—6 ч для литой и 2—3 ч — для деформированной стали	Макроструктурной неоднородности и дендритной структуры, сегрегации углерода и фосфора в углеродистых и низколегированных сталях
Раствор А: 4—6%-ный спиртовой раствор пикриновой кислоты	Травление погружением в реактив шлифа на 1 мин, промывка в струе воды, одновременное снятие ваткой налета (можно в растворе аммиака). Следить при травлении за отсутствием пузырьков воздуха.	Макроструктурной неоднородности и дендритной структуры, сегрегации углерода и фосфора в углеродистых и низколегированных сталях
Раствор Б: 10—15%-ный водный раствор хлористо-аммиачной меди	Нанесение несколько раз тонкого слоя холодного раствора на 0,5—2 мин, промывка горячей водой и сушка. Удаление осадка меди аммиаком. Травление сварного шва попеременно этим реактивом и насыщенным водным раствором хлорного железа в течение 1—2 мин при общей длительности 10 мин	Неоднородности литой свариваемой, поверхностно обработанной малоуглеродистой стали, сегрегации фосфора выявления дендритов при длительном травлении
5—10%-ный водный раствор хлористоаммиачной меди	Нанесение тампоном на поверхность шлифа свежих порций реактива. Для одновременного выявления дендритов шлиф вначале протравливают	Дендритной структуры литой стали и сварного шва, ликвации фосфора
10 г хлорной меди, 40 г хлористого магния, 20 мл соляной кислоты, 1000 мл воды с этиловым спиртом		Сегрегации фосфора в сталях с содержанием более 0,4 % С. дендритного строения стали
30 г хлорного железа, 50 мл соляной кислоты, 0,5 г хлористого олова, 1 г хлорной меди, 500 мл воды, 500 мл этилового		

Состав реактива	Способ применения	Применение для выявления
спирта 40 г азотнокислого никеля, 12 г хлорной меди, 48 г хлорного железа, 100 мл воды 20—120 мл соляной кислоты, 1—4 г хлорной меди (для заэвтектидных сталей — до 90 г), 24—100 мл этилового спирта 12 г кристаллического йода, 20—24 г йодистого калия, 1,3 г азиды натрия, 1000 мл воды	4%-ным спиртовым раствором азотной кислоты Погружение шлифа в реактив на несколько минут. Обогащенные фосфором места остаются светлыми Травление шлифа в холодном реактиве до 25 мин, протирка, промывка спиртом  Нанесение реактива капельницей на предварительно намеченные места отпечатка по Бауману или Гейну. Сульфиды определяются по выделению пузырьков воздуха	Макроструктуры и сегрегации фосфора  Сегрегации фосфора в сталях и чугунах, линий напряжения и фигур травления  Раздельно сульфидов и фосфидов с помощью отпечатков по Бауману или Гейну

20%-ным водным раствором азотной кислоты. После травления темплет промывается щелочным раствором и водой.

Электролитическое травление четко выявляет детали макроструктуры и позволяет экономить реактивы.

**Метод отпечатков.** Он состоит в том, что изображение макроструктуры появляется не на шлифе, а на фотобумаге, фотопленке, материи и т. п. Материал с нанесенным на него реактивом прижимается к поверхности шлифа. Плотность контакта должна быть полной, не допускается наличие пузырьков воздуха. Реактивы реагируют с определенными структурными составляющими, образуя характерное окрашивание структуры.

Наиболее широко применяют метод отпечатков для выявления серы. Самым распространенным и простым является получение отпечатков по Бауману. Тонкую бромосеребряную фотобумагу на свету пропитывают в течение 5—8 мин 2—5%-ной серной кислотой. После удаления излишков кислоты с бумаги ее прижимают к шлифу на 2—3 мин, затем быстро промывают водой, фиксируют, вновь промывают и сушат. Для получения повторных отпечатков образец нужно перешлифовать. Четкость отпечатка зависит от степени шероховатости и поверхностной деформации шлифа. Дефекты исследуемой поверхности, равно как и следы обработки, усиленно разбавляются кислотой, что может привести к неправильному толкованию отпечатков. При тщательной обработке поверхности сульфиды и их скопления выглядят очень отчетливо, при грубой — менее четко. При уменьшении концентрации серной кислоты в результате воздействия железа на фотоземлю возможно выделение металлического серебра. Слишком концентрированные растворы разрыхляют слой, и он легко разрушается. При длительном контакте фотобумаги со шлифом границы сульфидных включений получаются расплывчатыми из-за диффузии серы в эмульсию. В результате кажущиеся размеры включений в 5—10 раз превышают истинные. Общая окраска всего отпечатка по Бауману зависит от растворенных в феррите углерода, кремния, марганца, фосфора.

Специальные шкалы позволяют оценивать качество металла по количеству, размеру, форме и распределению сернистых включений на отпечатке по Бауману. Дифференцированные шкалы для поковок, изготовленных из слитков массой до 200 т, включены в ГОСТ 8536—79, ОТУ 24-10-001—71, ОТУ 24-10-003—68, ОТУ 24-10-004—68.

Для обнаружения серы методом отпечатка можно использовать растворы хлористой ртути или кадмиевых солей уксусной кислоты. Образующиеся сульфиды ртути или кадмия остаются на ткани, простой или желатиновой бумаге.

Имеющиеся в стали оксиды также можно выявить методом отпечатков [3]. Засвеченную хлоробромосеребряную бумагу фиксируют в растворе из 150 г гипосульфита и 20 г метабисульфита калия в 1000 мл воды, вымачивают в кислом растворе поваренной соли (50 г соляной кислоты на 1000 мл раствора). Затем прижимают на 1—2 мин к шлифу и проявляют 5—10 мин в 0,2%-ном водном растворе железосинеродистого калия. Места, соприкасающиеся с оксидами, окрашиваются в синий цвет.

Для выявления оксидов можно пропитать неотфиксированную фотобумагу 2%-ным водным раствором красной или желтой кровяной соли (для выявления закиси или окиси железа), на 5 мин прижать ее к шлифу и обработать в 5%-ном водном растворе соляной кислоты.

При определении фосфора в стали методом отпечатков шлиф протравливают в реактиве, состоящем из 50 г гипосульфита, 1 г кислого сернистоокислого калия в 50 мл воды. Неотфиксированную бромосеребряную бумагу пропитывают 1%-ным водным раствором соляной кислоты и после удаления остатков кислоты на 10 мин прижимают к шлифу. Затем фотобумагу быстро промывают и сушат. Распределение фосфора воспроизводится по градациям оттенков коричневого цвета.

Несколько хуже передается распределение фосфора при другом способе. Неотфиксированную фотобумагу, вымоченную в 5%-ном водном растворе желтой кровяной соли, прижимают к шлифу, предварительно протравленному реактивом состава: 10 г треххлористого железа, 10 г персульфата аммония, 100 мл воды, затем промывают, фиксируют, вновь промывают и сушат.

Методом отпечатков по Вреггу оценивается распределение свинца в стали.

Фотобумага обрабатывается гипосульфитом при красном свете в течение 15 мин, промывается и сушится, затем пропитывается 5%-ным раствором каустической соды и на 5—8 мин прижимается к темплету со шлифованной и обезжиренной поверхностью. После этого фотобумага в течение 15—20 с выдерживается в 5%-ном водном растворе сернистого натрия. Степень потемнения меняется с изменением содержания свинца. Отпечаток дает наглядную картину распределения свинца в металле и качественную оценку его содержания в различных зонах макрошлифа.

## ДЕФЕКТЫ МАКРОСТРУКТУРЫ

Вид и величину дефектов макроструктуры определяют путем сравнения натурального вида свежеприготовленных образцов с эталонами шкал, приводимых в стандартах или литературе. Шкалы могут быть составлены по баллам, и тогда с соответствующей документацией оговаривается допустимый балл для каждого дефекта.

При неудовлетворительных результатах первичного контроля макроструктуры повторные испытания проводят по одному из следующих вариантов: на удвоенном количестве проб; на пробах дефектных заготовок после дополнительной обрезки; на пробах от смежных заготовок после отсортровки дефектных. На рис. 3 приведены примеры рыхлот в прокате.

**Усадочная раковина** (рис. 3, а) — полость, возникающая в прибыльной части слитка вследствие усадки стали. При неполном удалении прибыли остатки усадочной раковины и подусадочная рыхлость переходят в прокат. Выявляются в изломе в виде темных полос, расслоений, стенки которых содержат неметаллические и шлаковые включения.

**Пузыри** (рис. 3, б) представляют собой грубые поры, которые могут быть групповыми и одиночными, располагаться по всему сечению, в центре или у поверхности слитка или заготовки.

**Пористость по оси** (рис. 3, в) — мелкие пустоты, не заварившиеся при горячей механической обработке слитка. На макрошлифе пористость выявляется в виде темных точек различного размера. Развитие дефекта определяется количеством, размерами отдельных пор и площадью образца. Пористость оценивается соответствующим баллом.

**Пористость по сечению** (рис. 3, г) — мелкие травящиеся точки, расположенные по всему сечению макрошлифа, за исключением краевой зоны. В закаленном продольном изломе пористость иногда обнаруживается в виде полосок с более

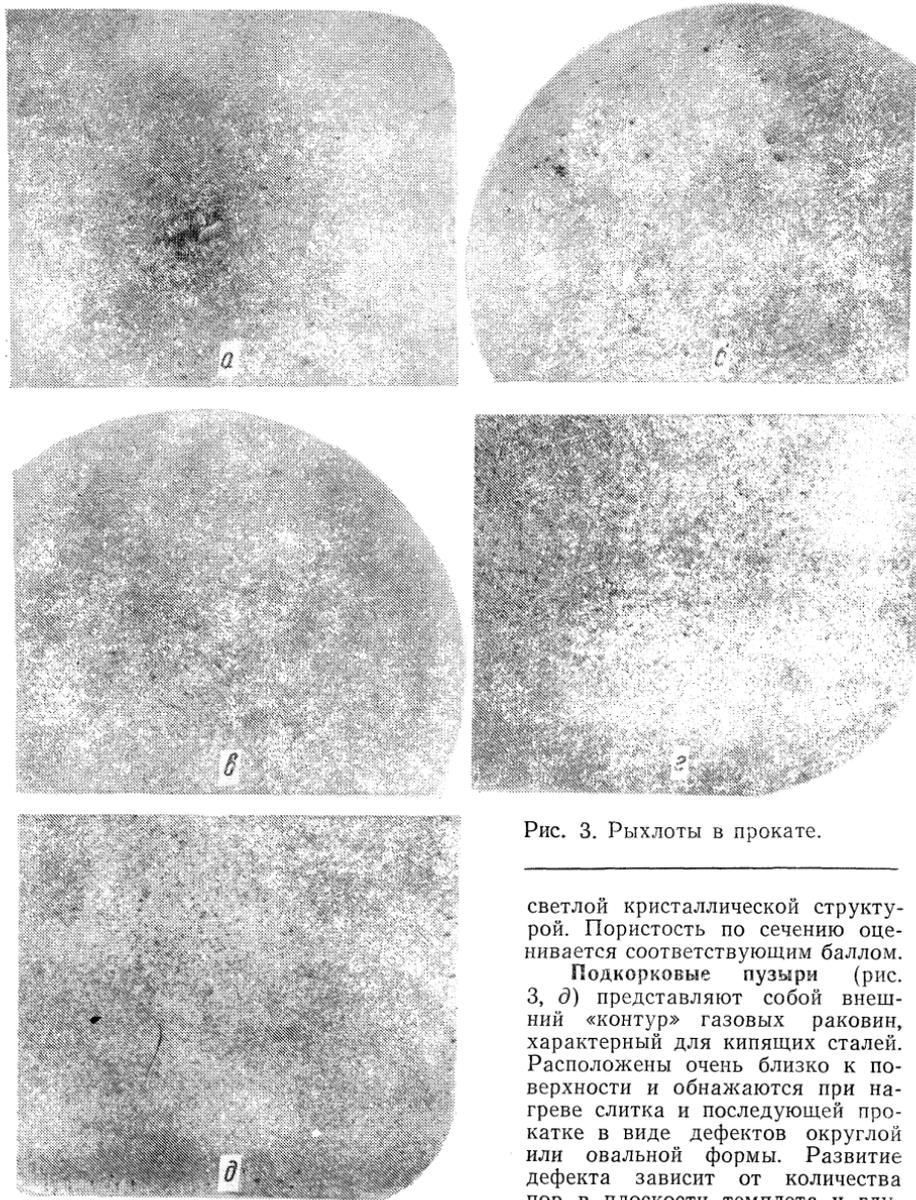


Рис. 3. Рыхлоты в прокате.

светлой кристаллической структурой. Пористость по сечению оценивается соответствующим баллом.

**Подкорковые пузыри** (рис. 3, *д*) представляют собой внешний «контур» газовых раковин, характерный для кипящих сталей. Расположены очень близко к поверхности и обнажаются при нагреве слитка и последующей прокатке в виде дефектов округлой или овальной формы. Развитие дефекта зависит от количества пор в плоскости темплета и глубины их залегания от поверхности.

Оценивается соответствующим баллом.

**Пустоты** различной величины и формы, чаще одиночные, образуются вследствие раскрытия и неполной заварки термических трещин и называются скворечниками (рис. 4, *а*). Они могут не обнаруживаться при внешнем осмотре поверхности заготовки. Вокруг дефекта отсутствуют ликвация углерода, серы и фосфора, а также неметаллические включения. Скворечники следует отличать от внутренних

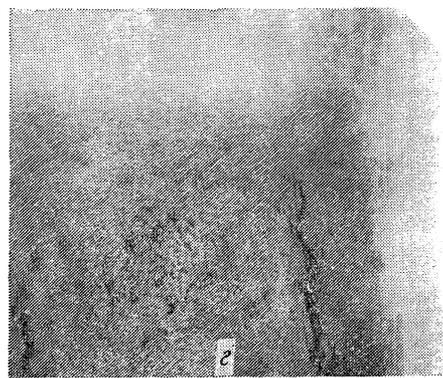
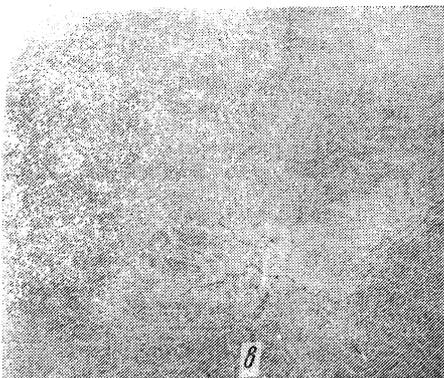
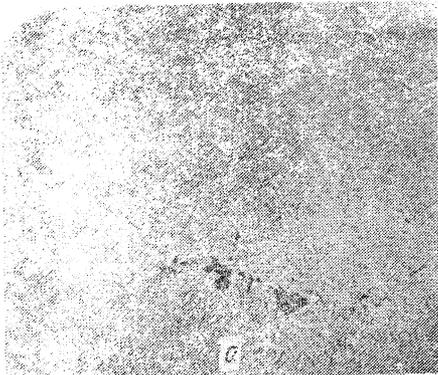
разрывов, образующихся при неправильном режиме горячей пластической деформации. Такие разрывы оказываются неоднородными и имеют меньшие размеры, чем скворечник.

Неверный режимковки может вызвать появление ковочных трещин, которые появляются внутри заготовки около осевой зоны в виде трещин по диагоналям (ковочного креста) либо нескольких трещин, направленных от оси заготовки в стороны.

**Трещины отрывания** (рис. 4, б) представляют собой нерегулярно расположенные надрывы (расслоения) преимущественно у ребер проката, но могут встречаться и по всей поверхности. Имеют различную глубину. Тонкие сетки трещин часто являются началом общего растрескивания. Характер поверхности излома может быть кристаллическим, волокнистым или шиферным.

**Осевые интеркристаллитные и межкристаллитные трещины** (рис. 4, в) в отличие от ковочных более прямолинейные и широкое. Они располагаются произвольно по оси слитка. В изломе межкристаллитные трещины имеют вид грубых окисленных расслоений.

Вследствие чрезмерного локального повышения температуры, вызывающего диффузию кислорода вдоль границ зерен, возникают явления **внутреннего пережога** (рис. 4, г). На макротемплете пережог выглядит в виде сильно разветвленных трещин, часто расположенных в виде сетки. Поверхность заготовки может казаться чешуйчатой. При пережоге может произойти разрушение внутренней зоны под действием горячей пластической деформации. Такой вид дефекта называется черновинной, которая на макрошлифе выявляется в виде рыхлой, сильно травящейся зоны или пятен и участков. В продольном изломе пережог проявляется в виде нарушения сплошности металла, а при малой степени развития — в виде крупнозернистых полос с надрывами.



**Флокены** (рис. 4, *д*) — тонкие извилистые трещины длиной до 30 мм и более. В поперечном сечении на травленных темплетях флокены ориентированы беспорядочно. Для правильной классификации дефекта темплет после травления контролируется по виду излома. В изломе флокены выявляются в виде округлых или эллиптических пятен серебристого или светлого оттенка. Цвет и блеск флокена могут изменяться в зависимости от химического состава стали.

Если при последующей горячей деформации заготовки, имеющей флокены, последние не завариваются, образуется скворечник от флокена (рис. 4, *е*). Эти дефекты произвольно расположены по длине и сечению заготовки.

**Шлифовочно-травильные трещины** (рис. 4, *ж*) являются результатом слишком сильного прижима металла очень твердым абразивным кругом и недостаточного охлаждения металла при шлифовании. Они имеют вид тонкой сетки, расположенной перпендикулярно к направлению шлифовки. Шлифовально-травильные трещины не принимаются во внимание при оценке макроструктуры.

В прокате могут наблюдаться также свищи, представляющие собой крупные газовые включения, располагающиеся отдельно или группами по сечению заготовки, в том числе и в краевой зоне. Выявляются в виде отдельных крупных пустот и пор круглой, овальной или вытянутой формы. Свищи часто расположены несимметрично по сечению заготовки.

Неоднородное строение слитка проявляется при его макроисследовании. Часто неоднородность слитка переходит в прокат. Неоднородность отдельных участков металла по химическому составу, структуре и неметаллическим включениям называется ликвацией.

**Пятнистая неоднородность** выявляется в виде отдельных темных пятен различных размеров и формы. В зависимости от расположения пятен на макрошлифе различаются общая и краевая пятнистые неоднородности.

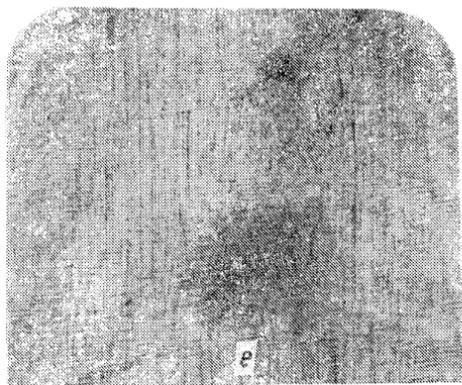
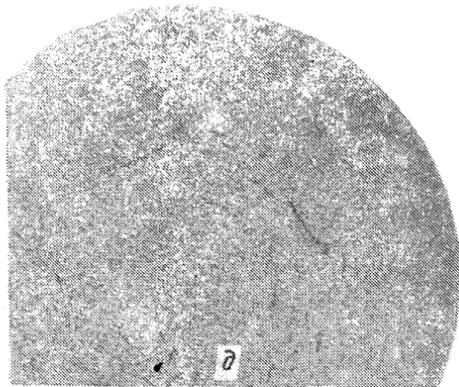
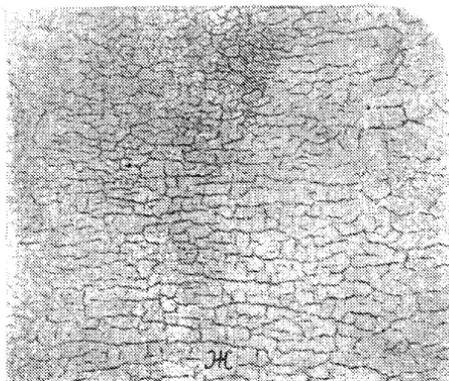


Рис. 4. Трещины в прокате.

Общая пятнистая неоднородность (рис. 5, *а*) представляется в виде темных пятен, расположенных по сечению заготовки симметрично к ее оси.

Краевая пятнистая неоднородность (рис. 5, *б*) — пятна, ориентированные вдоль граней проката. Развитие дефекта в обоих случаях определяется количеством, размерами пятен и площадью заготовки. Оценивается соответствующим баллом с учетом глубины залегания пятен от поверхности.



**Ликвационный квадрат** (рис. 5, в) представляет собой контуры ликвации, определяемые конфигурацией слитка. На темплете выглядит в виде полосы металла, травящейся более интенсивно, чем остальная часть макрошлифа. В прокате может также наблюдаться ликвационный круг. Оба вида дефекта оцениваются соответствующим баллом в зависимости от травимости металла в ликвационной полоске и замкнутостью контура полоски.

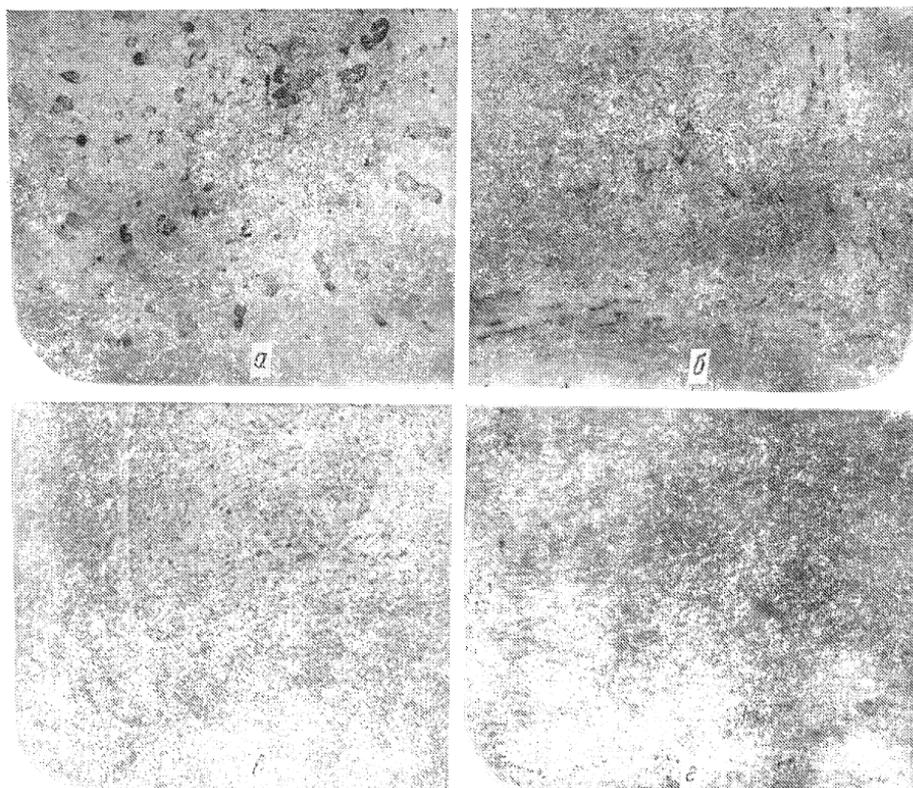


Рис. 5. Неоднородность в прокате.

**Подсадочная ликвация** — темные, легко растравливающиеся участки металла в центре заготовки. Оценивается балльной шкалой в зависимости от размеров пятен и различия травимости осевой зоны и остальной части макрошлифа. Этот вид ликвации не выявляется на продольном изломе.

**Титановая неоднородность** (рис. 5, г) проявляется в марках стали, содержащих свыше 0,3 % титана. Имеет вид скоплений неметаллических включений, расположенных в осевой или краевой зонах либо по всему сечению заготовки. При большом развитии обнаруживается также в продольном изломе. Подобная неоднородность бывает в сталях, содержащих избыточное количество циркония, ванадия, ниобия, церия.

**Послойная кристаллизация** — чередующиеся слои металла в виде концентрических светлых или темных полос, расположенных у поверхности (реже — по всему сечению) темплета. Оценивается соответствующим баллом, возрастающим с увеличением травимости полос, их ширины и количества.

Повышенная или пониженная травимость осевой зоны, а также отдельных участков темплета обуславливается сочетанием условий кристаллизации и деформации слитка. Она может также возникнуть при неправильном наклепе и рекрис-

таллизации отдельных участков заготовки. Различие в травимости исчезает или уменьшается после высокотемпературной термической обработки.

**Инородные металлические или неметаллические включения** — кусочки различного рода нерастворившихся ферросплавов, утеплительных засыпок или случайно попавших в слиток частичек окисленного металла. Имеют различную с основным металлом травимость. Классификация дефекта подтверждается анализом химического состава и макроструктуры.

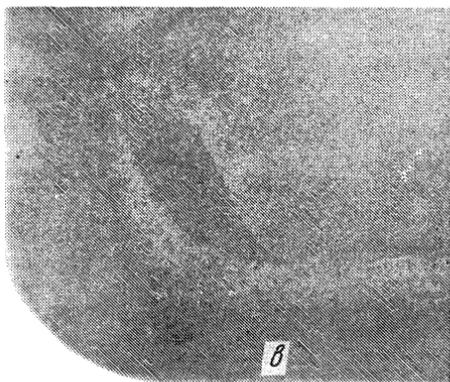
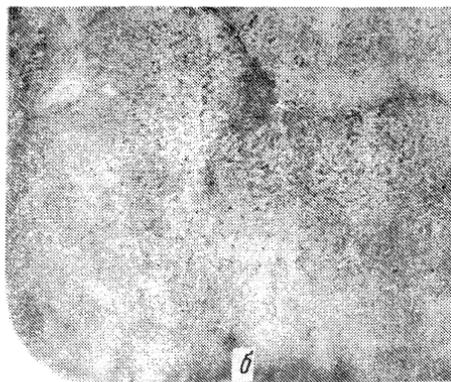
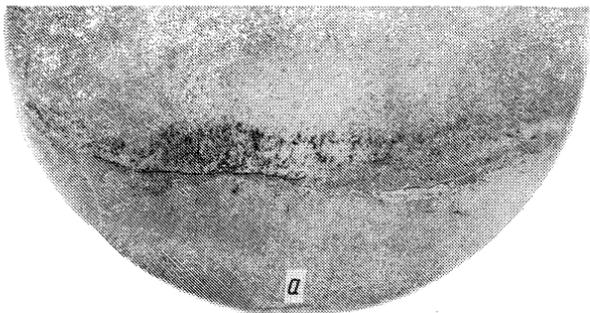


Рис. 6. «Корочки» в прокате.

Для подтверждения всех видов ликваций рекомендуется дополнительная проверка методом снятия отпечатков на распределение серы, фосфора, свинца и т. п.

**«Корочки» по краю** (рис. 6, а) и по сечению (рис. 6, б) заготовки — участки различной травимости, формы и величины. Они могут быть темными или светлыми в зависимости от места расположения в слитке, химического состава, температуры образования, степени насыщенности газами, количества неметаллических включений. Светлая «корочка» (рис. 6, в) в виде кольца или квадрата обнаруживается в осевой зоне или по сечению макрошлифа. По грубым «корочкам» может образоваться расслоение, которое обнаруживается в закаленном изломе в виде участков с неметаллическими включениями.

**Краевые дефекты** — участки различной травимости металла по краю темплета, сопровождающиеся загрязненностью неметаллическими включениями. Дефекты образуются при кристаллизации слитка и остаются вблизи поверхности при недостаточной обдирке слитка. Различная травимость может быть связана не только с видимой загрязненностью металла. В этом случае дефект образуется при нарушении режима кристаллизации нижней части слитка и остается на поверхности вследствие недостаточной обрезки донной части. К краевым дефектам относятся местная грубая неоднородность, сопровождающаяся неметаллическими включениями, газовыми пузырями, свищами.

Наиболее полно дефекты, встречающиеся в стали, освещены в работе [2].

## ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

### ОТБОР ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МИКРОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

Существует три метода отбора проб в соответствии с тремя основными типами исследований:

1. Производственный контроль. Место вырезки образцов, их размеры и количество определяются требованиями стандартов, техническими условиями и другой нормативно-технической документацией.

2. Исследование причин поломки или дефекта детали. Образцы должны быть вырезаны ближе к излому или трещине, желательнее, чтобы трещина попала на образец. Для сравнения структуры исследуют также образцы материала с удовлетворительными свойствами.

3. Проведение исследовательской работы, когда место отбора проб определяется ее целью. Количество образцов должно обеспечить возможность статистической обработки для ответа на поставленные вопросы.

Контроль микроструктуры обуславливается требованиями ГОСТов 1763—68, 1778—70, 4543—71, 5639—82, 5640—68, 6032—75, 8233—56 и др.

Перечень основных требований, предъявляемых при отборе образцов для металлографических исследований, приведен в табл. 2. В случаях, когда размер образцов не оговорен нормативно-технической документацией, наиболее удобны для изготовления и микроскопического исследования образцы прямоугольной или цилиндрической формы, высота которых 15—20 мм, а площадь сечения 200—300 мм<sup>2</sup>. В случае необходимости исследования шлифов больших размеров (части сломанных деталей, сварные швы и т. д.) максимально допустимые размеры определяются возможностями оборудования для шлифовки и полировки.

Для удобства приготовления микрошлифов тонких листов, проволоки, мелкого инструмента применяют специальные зажимы или струбцины. Несколько листовых образцов могут быть собраны в пакет путем склеивания клеем БФ-2. Часто один или несколько мелких образцов помещают в оправку-кольца и заливают легкоплавким веществом. Если образцы для дальнейшего исследования необходимо вынуть из оправки, то их заливают серой или сплавом Вуда. Температура плавления серы 113 °С, сплава Вуда 70 °С (50 % Bi, 10 % Cd, 27 % Pb, 13 % Sn) или 56 °С (56 % Bi, 18 % Cd, 14 % Pb, 14 % Sn). Недостаток этого метода заключается в том, что при шлифовке легкоплавкие вещества загрязняют поверхность шлифа и абразивные материалы.

Если образцы можно исследовать в оправках, их запрессовывают в оргстекло, формвар или бакелит под давлением 20—50 МПа при температурах 140—220 °С. Образцы можно также заливать в оправках синтетическими смолами, например стиракрилом ТШ, который затвердевает при добавлении отвердителя через 30—80 мин [4].

Образцы получают механическим (рубка, резка, фрезерование) или анодно-механическим способом. Влияние наклепа и нагрева при этом можно свести к минимуму, применяя малые подачи и охлаждение. Для резки твердых металлов используются абразивные отрезные круги. При вырезке проб огневой резкой или на прессах и штампах для предохранения основного металла образцов от теплового воздействия и наклепа оставляется припуск от линии разреза 15—35 мм для огневой и 5—20 мм для механической резки. Минимальная толщина припуска по отношению к толщине проката может быть до 4 мм, максимальная — свыше 100 мм.

### ШЛИФОВКА И ПОЛИРОВКА ОБРАЗЦОВ

Шлифовка (грубая и тонкая) служит для удаления наклепанного слоя, грубых царапин на поверхности шлифа и является подготовительной операцией перед полировкой. Для получения хорошей поверхности необходимо при каждом переходе на новый абразив менять направление движения образца на 90° и шлифовку вести до полного исчезновения рисок от предыдущей операции. Шероховатость поверхности после шлифовки не должна превышать 0,080 мкм. При увеличении

## 2. Требования к отбору образцов для металлографических исследований

Определяемая характеристика	Наименование стали	Направление резки	Количество образцов	Площадь шлифа
Глубина обезуглероженного слоя	Подшипниковая	Поперек	5 от партии	В зависимости от сортамента
	Углеродистая качественная конструкционная	»	2 от партии	10 см <sup>2</sup>
	Листовая легированная конструкционная общего назначения	»	То же	В зависимости от сортамента
	Горячекатаная листовая конструкционная качественная для холодной штамповки	»	»	То же
	Качественная конструкционная углеродистая и легированная для холодного выдавливания и высадки	»	1—3 от партии	До 10 см <sup>2</sup>
	Толстолистовая и широкополосная универсальная конструкционная легированная высококачественная специального назначения	»	2 от партии	До 10 см <sup>2</sup>
	Рессорно-пружинная углеродистая и легированная	»	3 от партии	До 10 см <sup>2</sup>
	Инструментальная быстрорежущая	»	2 от партии	До 10 см <sup>2</sup>
Неметаллические включения	Подшипниковая	По требованию ГОСТ и ТУ	6 от партии	В зависимости от сортамента
	Углеродистая качественная конструкционная	По требованию	ГОСТ и ТУ	ГОСТ и ТУ
Величина зерна	Рессорно-пружинная углеродистая и легированная	По требованию ГОСТ и ТУ	6 от партии	В зависимости от сортамента
	Углеродистая качественная конструкционная	То же	1 от ковша	До 150 мм <sup>2</sup>
	Горячекатаная листовая конструкционная качественная для холодной штамповки	»	2 от партии	Толщина × 30
	Качественная конструкционная углеродистая и легированная для холодного выдавливания и высадки	»	1—3 от партии	»
	Рессорно-пружинная углеродистая и легированная	»	1 от ковша	В зависимости от сортамента
Микроструктура	Подшипниковая (для толщины или диаметра не менее 85 мм)	Поперек	5 от партии	Все сечение
	Инструментальная легированная	По требованию ГОСТ и ТУ	2 от партии	В зависимости от сортамента
	Качественная конструкционная углеродистая и легированная для холодного выдавливания и высадки	Вдоль	1—3 от партии	Толщина × 30

Определяемая характеристика	Наименование стали	Направление вырезки	Количество образцов	Площадь шлифа
Микроструктура Карбидная неоднородность	Рессорно-пружинная углеродистая и легированная	Вдоль	2 от партии	30×40 м
	Подшипниковая	»	5 от партии	В зависимости от сортамента
	Инструментальная легированная	»	2 от партии	По всему сечению
Карбидная сетка	Инструментальная быстрорежущая	»	То же	То же
	Инструментальная легированная	Поперек	»	»
Структурная полосчатость	Подшипниковая	»	5 от партии	»
	Горячекатаная листовая инструментальная качественная для холодной штамповки	»	2 от партии	Толщина×30
Склонность к межкристаллитной коррозии	Тонколистовая коррозионностойкая и жаропрочная	»	4 от плавки	20×5 мм
	Тонколистовая коррозионностойкая, жаростойкая и жаропрочная	Вдоль	2 от плавки	12×1/4 толщины
Содержание α-фазы	Отливки из чугуна с различной формой графита	По требованию ГОСТ и ТУ		3 см <sup>2</sup> для толстенных и 0,2 см <sup>2</sup> — для тонкостенных
Элементы микроструктуры				

микроскопа 100 на поверхности должны просматриваться только следы обработки последним абразивом. Для шлифовки применяют абразивные материалы в зерне, различающиеся по зернистости (номера зернистости от 200 до 16), шлифпорошки (от 12 до 3), микропорошки (от М63 до М14) и тонкие микропорошки (от М10 до М5). Шлифовальные круги из электрокорундов, карбида кремния зеленого и черного имеют зернистость от 50 до М10. Шлифовальная шкурка на тканевой и бумажной основе предназначена для ручной или машинной обработки без охлаждения и с охлаждением водой или смазочно-охлаждающими жидкостями на основе масла, керосина, уайт-спирита.

Грубая шлифовка ведется на шкурках зернистостью от 10,8 до 4,3, тонкая — от М40 до М14. Шлифовку на шкурках крупной зернистости можно заменить обработкой на абразивном круге. При переходе к более тонкому абразиву поверхность шлифа и диска станка тщательно очищается от остатков крупнозернистого абразива.

Для шлифовальных и полировальных работ в процессе изготовления микрошлифов опытный завод Киевского технологического института пищевой промышленности выпускает двухшпиндельный станок ПШСМ-2 с частотой вращения круга 600—1400 об/мин. В станке «Нерис» Каунасского завода шлифовальных станков использован метод «мокрой» шлифовки. Частота вращения круга 75—1500 об/мин. Малогабаритный аппарат для «мокрой» шлифовки Metasinx (ГДР) имеет диаметр кругов 230 мм, частота вращения круга 300 об/мин.

Целью полировки шлифов является получение зеркальной поверхности, не имеющей рисок. Шлифы полируют на вращающемся плоском круге, покрытом фетром, сукном, войлоком, шелком, бархатом, батистом. Чем мягче полируемый металл, тем тоньше должно быть строение ткани. В качестве абразива применяют микропорошки зернистостью до 0,6 мкм и тоньше, смешанные с жидкостями (суспензиями) или органическими связками (пастами).

После окончания полировки шлиф тщательно промывается дистиллированной водой, спиртом и просушивается.

Для полировки используют пасты ГОИ, в состав которых вместе с абразивом (окись хрома) входят поверхностно-активные вещества (ПАВ), оказывающие химическое воздействие на поверхность обрабатываемого материала (табл. 3).

После обработки шлифа грубой и средней пастой достигается шероховатость поверхности 0,080—0,025 мкм. Для получения зеркальной поверхности шлиф в течение 40 с полируют тонкой пастой. Почернение пасты указывает на потерю ее полирующей способности. Отработанная паста удаляется с диска тканью, смоченной керосином.

Алмазные порошки типа АСМ имеют зерна с наиболее развитой режущей поверхностью. Зернистость их определяют размерами зерен основной фракции и обозначают дробью, числитель которой соответствует наибольшему, а знаменатель — наименьшему размеру зерен (табл. 4).

### 3. Составы паст ГОИ

Компонент	Тонкая (1—4 мкм)	Средняя (18 мкм)	Грубая (35— 40 мкм)
Окись хрома	72	76	86
Стеарин, парафин	24	20	12
Олеиновая кислота	1,8	1,8	—
Керосин	2	2	2
Сода	0,2	0,2	—

### 4. Характеристика алмазных порошков и паст

Зернистость алмазного порошка	Размер зерен основной фракции, мкм	Шероховатость поверх- ности Ra по ГОСТ 2789—73, мкм, не более		Массовая концентра- ция порошка в пасте			Цвет пасты и этикетки
		до обра- ботки	после об- работки	Н	П	В	
60/40	60—40	0,400	0,200	8	20	40	Красный
40/28	40—28	0,200	0,160	6	15	30	
28/20	28—20	0,160	0,125				
20/14	20—14	0,125	0,100				4
14/10	14—10	0,100	0,080				
10/7	10—7	0,080	0,063				
7/5	7—5	0,063	0,050	2	5	10	Желтый
5/3	5—3	0,050	0,040				
3/2	3—2	0,040	0,032				
2/1	2—1	0,032	0,025				
1/0	1 и менее	0,025	0,020				

Алмазные пасты изготавливаются из микропорошков зернистостью от 60/40 до 1/0 включительно с содержанием алмазов нормальной Н, повышенной П и высокой В концентрации. По смываемости пасты разделяются на водоразбавляемые В, жировые О, универсальные ВО; по консистенции — на маэобразные М и твердые Т.

Для приготовления шлифов опытный завод Института сверхтвердых материалов АН УССР выпускает комплект эластичных дисков АЕД диаметром 200 мм, зернистостью АСО-80/63, АСМ-40/28 и АСМ-3/2. Диски предназначены для обработки микрошлифов из закаленных сталей и твердых сплавов. Окончательно микрошлифы полируют на пасте АСМ-1/0.

Механические шлифовка и полировка сопровождаются пластической деформацией поверхностных слоев. Глубина деформированного слоя зависит от твердости обрабатываемого металла, режимов шлифования, применяемых материалов и достигает 25 мкм.

Устранить деформированный слой с поверхности микрошлифа можно электролитической полировкой, путем анодного растворения выступов микрорельефа металла в электролите. Электролит должен хорошо растворять материал анода

Материал образца	Состав электролита (плотность, г/см <sup>3</sup> )
Железо, легированные и углеродистые стали	Хлорная кислота (1,61) — 18,5 мл, уксусный ангидрид — 76,5, вода дистиллированная — 5,0 мл 95%-ный этиловый спирт — 700 мл, глицерин — 100, хлорная кислота (30%-ная) — 200 мл Хлорная кислота (1,61) — 10, ледяная уксусная кислота — 100 мл Фосфорная кислота (1,6—1,7) — 86—88%, хромовый ангидрид — 10—12, вода — 2—4 % 85%-ная ортофосфорная кислота — 500, моноэтиловый эфир диэтиленгликоля — 500 мл Фосфорная кислота (1,61) — 70—78 %, серная кислота (1,84) — 4—10, хромовый ангидрид — 6—8, вода 4—20 % Серная кислота — 35, вода — 65 %
Алюминий и его сплавы	Фосфорная кислота (1,6) — 82 %, серная кислота (1,84) — 12, хромовый ангидрид — 6 % Ортофосфорная кислота (1,62) — 100, трехокись хрома — 10 г Хлорная кислота — 21,5, уксусный ангидрид — 78,5 %
Магний и его сплавы	Ортофосфорная кислота (1,71) — 37,5 мл, этиловый спирт — 62,5 мл  Соляная кислота 6,9 мл, карбитол — 93,1 мл
Чугуны	Серная кислота (1,84) — 200 мл, вода — 400 мл Азотная кислота — 50 мл, уксусный ангидрид — 50 мл 95%-ный этиловый спирт — 700 мл, 2-бутоксипанол — 100, хлорная кислота (30 %) — 200 мл
Медь и ее сплавы	Ортофосфорная кислота (1,55)
Свинец и его сплавы	Фосфорная кислота — 74 %, хромовый ангидрид — 6, вода — 20 % Хлорная кислота (1,55) — 350 мл, уксусный ангидрид — 630 мл, вода — 20 мл Фтороборная кислота — 40 %, вода — 60 %
Олово и его сплавы	Ледяная уксусная кислота — 65—75 мл, хлорная кислота (1,61) — 35—25 мл
Титан и его сплавы	Уксусный ангидрид — 795 мл, хлорная кислота (1,59) — 185, вода — 48 мл 50%-ная плавиковая кислота — 160 мл, хромовая кислота — 500 г, вода — 1000 мл

(образца), так как нерастворимые продукты, осаждаясь на поверхности образца, мешают полировке. Составы некоторых электролитов, режимы полировки для различных металлов и сплавов приведены в табл. 5 [36].

Метод дает хорошие результаты при полировке мягких металлов, а также при подготовке образцов, используемых для электроннографических исследований. При электролитической полировке сплавов с гетерогенной структурой и сварных швов возникают трудности в то время как одна из фаз растворяется, другая, более благородная, не полируется совсем или полируется незначительно. При электрополировке возможна неправильная трактовка особенностей структуры образца из-за преимущественного растворения металла вокруг пустот, неметаллических включений, что увеличивает их размер. Универсальные электролиты, содержащие хлорную кислоту, взрывоопасны.

## Шлифов черных и цветных металлов

Плотность тока, А/дм <sup>2</sup>	Режим полировки			Примечание
	Напряжение, В	Температура, °С	Время, мин	
4—6	30—50	30	4—5	Катод — железо или алюминий, электролит готовят за 24 ч
—	15—50	—	0,25—1	
1,5—2,5	5—6	25	—	Применяется для чугуна
30—35	—	50—70	2—7	
—	5—20	50	5—15	—
30—40	—	70—90	10—12	—
—	13	20—30	1—3	Катод — алюминий, образец вынимают под током
1—2	—	70—90	5—8	Катод — алюминий
5—8	—	60	0,5—1	Катод — нержавеющая сталь
3—5	—	20—25	12—15	
4,5—5	1—3	20	10	Плотность тока снижается в процессе полировки, во избежание питтинга пленку на аноде нужно быстро смыть
10—15	—	—	1 и затем 20 с	
2—10	10—18	40—80	5—10	Толстую пленку, образующуюся через 1 мин удаляют в растворе едкого кали и шлиф полируют еще 20 с
100—200	—	18—25	0,25—0,5	
—	30—65	18—28	0,25—1	Катод — свинец
—	1,5—2	15—20	10—15	Применяется и для сталей
3—5	—	20—40	1—3	Катод — медь, полезно накопление меди в растворе
9—12	25—35	30	5—10	
5—10	—	—	—	—
20—25, затем 1—2	25—35	30	3—5	Катод — медь, пригоден для полировки свинца и сплавов
20—30	40—60	—	—	Прерывистая полировка по 45—60 с
20—50	3—7	15—20	3—5	Катод — титан или нержавеющая сталь

### ОСОБЕННОСТИ ПОДГОТОВКИ МИКРОШЛИФОВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

При подготовке образца для исследования неметаллических включений добиваются наибольшей чистоты шлифа. Образцы мягких металлов, а также образцы с крупными, легковыкрашивающимися включениями шлифуются при частоте вращения 5—7 с<sup>-1</sup> (300—400 об/мин) с минимальными усилиями. При большом давлении на образец возможно загрязнение поверхности микрошлифа зернами абразива, а заполненные пылью царапины могут быть идентифицированы как неметаллические включения. Для улучшения условий полировки образцы из мягких марок стали могут быть закалены. Для удаления так называемых «хвостов» образец в конце полировки рекомендуется медленно поворачивать против

направления вращения диска. Непригодны для полировки ткани с высоким ворсом, так как они способствуют выкрашиванию неметаллических включений. Возможная схема приготовления микрошлифов для исследования неметаллических включений приведена ниже.

Операция	Применяемые материалы
Зачистка на абразивном круге	Круг абразивный зернистостью 63
Грубая шлифовка	Шлифовальная шкурка зернистостью 8
»	То же зернистостью М40
Тонкая шлифовка	Алмазная паста АС 60/40 на сукне или ватмане
»	Алмазная паста АСМ 20/14 на сукне или ватмане
Чистовая шлифовка	Алмазная паста АСМ 20/14 на сукне или ватмане
Полировка (охлаждение спиртом) в течение 2—4 мин	Алмазная паста АСМ 1/0 на сукне
Окончательная полировка 10—15 с	Суспензия $Al_2O_3$ , драп типа велюр

При подготовке образцов к исследованию микроструктуры следует иметь в виду, что механическая обработка абразивами создает на поверхности шлифа наклепанный слой. Самый распространенный способ снятия наклепанного слоя — многократное (4—6 раз) чередование травления и полировки. Наклепанный слой в образцах перлитных сталей удаляют химической полировкой, например, раствором 70 мл  $H_2O_2$  + 3 мл  $HF$  + 40 мл  $H_2O$  (дистиллированной). При абразивной шлифовке образцов сталей переходного аустенитно-мартенситного класса, характеризующихся низкой стабильностью аустенита, возможен распад  $\gamma$ -фазы в поверхностном слое толщиной до 40 мкм, поэтому электрополировка этих сталей обязательна. Лучшие результаты при подготовке микрошлифов черных металлов и сплавов достигаются при использовании алмазных абразивов (табл. 6).

При подготовке шлифов пористых, рыхлых металлов или содержащих влагопроницаемые включения поверхность покрывают парафином, нагретым до 70 °С, для заполнения пор и пустот, охлаждают его, избыток парафина удаляют ватой и окончательно полируют шлиф.

Для уменьшения окисления поверхности и получения четкого изображения микроструктуры на всех стадиях подготовки шлифа целесообразно вместо воды применять пассивирующие растворы, например, 10—150 г азотистокислого натрия и 3 г кальцинированной соды в одном литре воды.

При изготовлении микрошлифов для исследования структуры разнородных металлов (сварные швы, стали с покрытиями, биметаллы) шлифовка на абразивных шкурках и окислах не пригодна, так как приводит к образованию уступа в переходной зоне. В этом случае для шлифовки и полировки используют алмаз-

## 6. Последовательность операций шлифовки и полировки с использованием алмазных дисков

Показатель	Операция			
	1	2	3	4
Марка и зернистость абразива	АСО-80/63	АСМ-40/28	АСМ-3/2	АСМ-1/0 ПВМ
Время обработки, мин: твердых сплавов сталей	15 10—30	5 5—10	5 5	1—2
Шероховатость * поверхности, мкм: твердых сплавов сталей	0,080—0,063 0,125—0,100	0,040—0,032 0,080—0,50	0,08—0,063 0,040—0,020	0,050—0,032 0,050

\* Исходная шероховатость поверхности твердых сплавов 1,25—0,63 мкм, сталей 2—1,25 мкм.

ные пасты, которые хорошо обрабатывают твердые и мягкие металлы. Если один из разнородных металлов имеет структуру с хрупкими интерметаллидными фазами, то образец шлифуют в одном направлении.

Институтом электросварки имени Е. О. Патона предложен реактив для химической полировки сварных соединений различных сталей, состоящий из ортофосфорной кислоты (1 ч.) и спирта (1—5 ч.). Образец полируют в течение 1—2 мин при температуре 60—100 °С [55].

Если предусмотрено изучение микроструктуры покрытия, то целесообразно изготовление косоуго шлифа. При этом ширина среза в зависимости от угла наклона изменяется от 1,5 : 1 до 25 : 1.

Получение высокого качества поверхности микрошлифов алюминия затруднено тем, что металл легко деформируется при обработке. Поэтому при шлифовке абразивные шкурки покрывают раствором парафина в керосине (30 г на 1 л). Частота вращения круга при механической полировке 1,5—3 с<sup>-1</sup> (200—100 об/мин). Минимальное давление на шлиф в процессе всей обработки исключает деформацию поверхностного слоя и внедрение зерен абразива.

Сплавы алюминия содержат твердые частицы различных интерметаллидов. Поэтому продолжительность полировки должна быть минимальной, чтобы избежать образования грубого рельефа. При абразивной полировке хорошие результаты получают при использовании алмазной пасты с последующей очень кратковременной доводкой окисью магния.

Для химической полировки алюминия, его сплавов и сварных соединений применяют смесь кислот: 30 мл серной, 70 мл ортофосфорной и 5 мл азотной [55; 60]. Продолжительность полировки 1—1,5 мин при температуре 85 °С.

При подготовке к исследованию шлифов из чистой меди операцию шлифования исключают. После выравнивания поверхности напильником образец полируют в 2—3 приема. При подготовке образцов из сплавов меди хорошие результаты дает смачивание круга раствором аммиака. При исследовании сплавов меди со свинцом образец шлифуют на абразивной шкурке со смазкой вручную, полируют на алмазных пластах или порошках тоже вручную. Такой способ позволяет избежать попадания свинца на медную матрицу. Образовавшийся при шлифовке деформированный слой необходимо удалить полировкой.

Для получения поверхности образца, пригодной для изучения микроструктуры олова, достаточно сделать тонкий срез микротомом или чистовым алмазным резцом. При обычной схеме подготовки шлифа для полировки образцов олова и его сплавов применяют замшу и бархат, обильно смоченные раствором мыла или крема для бритья со взвешенным порошком окисла. Отсутствие зеркального блеска на поверхности шлифа не характеризует качества полировки. Готовность шлифа контролируется при просмотре под микроскопом. Для удаления деформированного слоя образец погружают в 10—20%-ную соляную кислоту.

При вырезке и дальнейшей обработке образцов магния и его сплавов следует избегать сильного давления. Образцы шлифуют на парафиновых абразивных шкурках при частоте вращения круга 8—21 с<sup>-1</sup> (1300—500 об/мин), полируют на бархате суспензией окиси алюминия с добавкой отфильтрованного мыльного раствора при частоте вращения круга 1,5—3 с<sup>-1</sup> (100—200 об/мин). Иногда применяют химическую полировку, для чего образец при 30—60 °С протирают 15%-ным раствором азотной кислоты.

Образцы титана и его сплавов отрезают электроэрозионным способом, абразивным диском, на фрезерном станке, реже на ленточной пиле. Слой с измененной структурой после электроэрозионной и абразивной резки удаляют на глубину не менее чем 5—7 мм, после механической — 2—3 мм. Шлифуют образец в 5—6 приемов, полируют при частоте вращения круга 11—23 с<sup>-1</sup> (700—1400 об/мин) в 2 этапа: сначала — на грубошерстом («шинельном») сукне водной суспензией окиси алюминия или алмазной пастой со значительным давлением на шлиф, непрерывно поворачивая его вокруг вертикальной оси, затем — на драпе или фетре водной суспензией прокипяченной и многократно отфильтрованной окиси хрома (100 г на 1,5 л воды) до зеркального блеска и выведения всех царапин [45]. Деформация в процессе механической полировки может вызвать образование двойников. Другим дефектом бывает появление беспорядочно распределенных участков с высокой нагартовкой, так что гомогенный сплав может показаться двухфазным. Во избежание таких дефектов рекомендуется электрополировка.

## 7. Универсальные реактивы для химического травления железа, стали и чугуна

Реактив	Способ применения	Область применения
<p>Азотная кислота (бесцветная, плотность 1,4 г/см<sup>3</sup>) 1—5 мл, спирт (этиловый, метиловый, амиловый) 95—99 мл</p>	<p>Продолжительность травления — от нескольких секунд до минут. Для улучшения контрастности при выявлении границ зерен — нагрев реактива или шлифа до 35—50 °С</p>	<p>Для травления железа, серых чугунов, углеродистых и низколегированных сталей, сварных соединений этих металлов, выявления общей структуры быстрорежущих инструментальных сталей, травления различных покрытий на стали и изучения поверхностного слоя после химико-термической обработки</p>
<p>Пикриновая кислота 3—5 г, спирт этиловый — до 100 мл</p>	<p>Травление любым способом на холоду, продолжительность — в зависимости от структуры. Возможно увеличение концентрации кислоты вплоть до насыщения. При выявлении фигур травления в феррите — многократная полировка и травление</p>	<p>Для выявления структуры железа, чугуна, углеродистых и низколегированных сталей в любом состоянии, структуры сварных соединений</p>
<p>Смесь растворов пикриновой и азотной кислот: пикриновая кислота 4 г, этиловый спирт 100 мл, азотная кислота 4 мл, спирт (этиловый, метиловый, изометиловый) 100 мл соляная кислота 3—5 мл, пикриновая кислота 1—4 г, спирт этиловый до 100 мл</p>	<p>Травление погружением или втиранием в течение нескольких секунд последовательно в каждом растворе или смеси в зависимости от целей. Сушка только воздухом Травление на холоду для выявления зерна 2—20 мин с переполировками</p>	<p>Для выявления структуры после закалки, азотированного и цементированного слоя  Для выявления структуры закаленных и отпущенных сталей, мартенситных и ферритных нержавеющих и жаропрочных сталей</p>
<p>Щелочной пикрат натрия: пикриновая кислота 2—5 г, едкий натр 20—25 г, вода дистиллированная — до 100 мл</p>	<p>Травление нагретым до 60 °С или кипящим свежеприготовленным раствором в течение 5—30 мин. Образования пленки можно избежать, предохраняя горячий образец от контакта с воздухом. Для сварных швов концентрацию повышают вдвое, время травления 20—40 мин при 100 °С</p>	<p>Универсальный для травления углеродистых, легированных сталей и чугунов, выявления сульфидов, границ зерен медленно охлажденных заэвтектоидных сталей, первичной дендритной основы в чугунах, первичной структуры сварных швов в легированных сталях</p>
<p>Серная кислота 3—4 г, спирт этиловый — до 100 мл</p>	<p>Травление 1 мин погружением полированной поверхностью вверх; при замене спирта водой время травления сокращается до 10—15 с</p>	<p>Для дифференциации структурных составляющих закаленных сталей и чугуна, выявления границ аустенитных зерен</p>
<p>Персульфат 1—20 г, вода — до 100 мл</p>	<p>Травление в холодном или теплом свежеприготовленном растворе в течение 5—20 с и</p>	<p>Для окрашивания различно ориентированных зерен феррита в деформируемой</p>

Реактив	Способ применения	Область применения
Йод кристаллический 30—10 г, спирт этиловый — до 100 мл	больше. Воду можно заменить спиртом. Время травления сложнолегированных сталей увеличивается до 5 мин с переполновками. Для травления чугунов используют 10%-ный раствор Травление в холодном реактиве 10 с и более. Промывка только спиртом	углеродистой стали; травления феррита и перлита в чугунах без воздействия на фосфидную эвтектику; никелевых, кремнистых, хлористых, хромоникелевых и нержавеющей сталей
Пирогаллол 10 г, едкий натр 100 мл, вода 100 мл	Травление в реактиве, приготовленном за сутки до употребления. Продолжительность: без нагрева — до 10 мин, при 60 °С — 1—2 мин, в кипящем растворе — 20—30 с. Сушить осторожно, чтобы не повредить пленку. Возможно двойное (в любом порядке)	Для дифференциации структурных составляющих в углеродистых сталях и чугунах; 5%-ный раствор — для изучения боридных покрытий
Нитромолибдат аммония 2 мл, спирт этиловый 100 мл	Травление данным реактивом и пикриновой или азотной кислотой Травление погружением, продолжительность — от нескольких минут до 1,5 ч в зависимости от природы металла. Сушка теплым воздухом	Для изучения цементита и фосфидной эвтектики. При одновременном травлении с кислотой различно окрашиваются все структурные составляющие тройной фосфидной эвтектики
		Для окрашивания феррита в фиолетовый, голубой, зеленый, красный цвета, фосфидов и карбидов — в цвета от желтого до красно-фиолетового; травления углеродистых сталей и чугунов

## ХИМИЧЕСКОЕ ТРАВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Цель травления — увеличение оптического контраста между различными структурными составляющими, избирательное окрашивание или растворение фаз. Наиболее распространен способ химического травления, при котором реактив взаимодействует с полированной поверхностью шлифа. Протекающие при этом процессы представляют собой кислотную или кислородную электрохимическую коррозию. Избирательное растворение при химическом травлении в значительной мере зависит от электрохимического потенциала смежных элементов структуры. Растворяется прежде всего та составляющая, которая играет роль анода. В результате на поверхности травленого шлифа образуются впадины и выступы, благодаря чему становятся видимыми контуры структурных составляющих. При травлении однофазного сплава интенсивнее растворяются границы зерен. Окрашивание зерен или фаз при травлении связано с образованием на поверхности тонких пленок различной толщины и состава.

Способы приготовления и применения металлографических реактивов описаны в работах [3; 30]. Наиболее часто употребляемые реактивы по данным работ [3; 36; 44; 55] приведены в табл. 7.

Зная действие реактивов на различные типы карбидов, можно установить наличие их в стали, определить тип, величину и распределение карбидных частиц.

Структурные составляющие	Щелочной феррицианид				Реактив Гросбека	
	кипящий		холодный		2 мин	4 мин
	45 с	4 мин	15 с	4 мин		
$Fe_3C$	Темно-серый		Не окрашиваются		Светлый	Оранжевый
$(Fe, W)_6C$	Темно-коричневый		Не выявляются		Не окрашиваются	Светло-коричневый
$(Fe, MO)_6C$	Не выявляются	Оранжево-коричневый	»	»	Не выявляются	Коричнево-то-оранжевый
$NbC$	Темно-серый		Не окрашиваются		Темно-серый (почти черный)	
$TiC$	—		Не выявляются		—	
$Mo_2C$	Не выявляются	Темно-коричневый	»	»	Коричневый	
$Cr_7C_3$	Не окрашиваются	Оранжевый	Не окрашиваются		Оранжево-коричневый	
$Cr_{29}C_6$	Не окрашиваются	Коричневый	Не окрашиваются	Коричневый	Коричневый	

\* При окраске пленка голубая.

\*\* При окраске пленка светло-желтая.

Наряду с названными выше реактивами применяют специальные реактивы для выявления карбидов в различных сталях (табл. 8).

Микроструктура и карбидная неоднородность быстрорежущей стали выявляются универсальными реактивами: азотной, соляной, пикриновой кислотами, щелочным раствором пикрата натрия и др. После травления карбиды становятся различимыми на белом фоне феррита благодаря выявлению границ раздела (табл. 9).

Группа нержавеющих и жаропрочных сталей отличается большой химической стойкостью. Для травления их поверхности используются спиртовые растворы соляной, пикриновой кислот или их смеси (табл. 10). С увеличением содержания легирующих элементов возрастает длительность травления. Смесь соляной и азотной кислот применяют для выявления структуры таких сталей и сплавов, на которые не действуют другие металлографические реактивы. Состав, известный под названием «царской водки», применяют для выявления границ зерен и структуры высоколегированных и нержавеющих сталей аустенитного класса. Для идентификации и дифференциации  $\sigma$ -фазы,  $\delta$ -феррита, карбидов применяют методы пленочного (окрашивающего) травления. В результате травления в кипящем растворе Гросбека в течение 1—3 мин выявляются карбиды хрома и цементит,  $\sigma$ -фаза окрашивается в коричневый цвет, аустенит — в голубой или желтый, феррит окрашивается быстрее аустенита в цвет от желтого до коричневого. В ванадиевых сталях карбид ванадия не окрашивается [3; 30; 70].

Выявление микроструктуры алюминия и его сплавов представляет определенные трудности из-за большого количества фаз, образующихся в многокомпонент-

**карбидных фаз**

Пикрат натрия кипящий	Уксусноокислый свинец	Раствор щелочи, насыщенный перманганатом	Перекись натрия	Реактив Клемма	Раствор хромовой кислоты	Концентрированные соляная и азотная кислоты по 50 мл	Раствор хлорной меди
15 с	3—5 с	60 с	1,5—2 с	50—60 с	2 мин	10—60 с	30 с
Коричневый	Не окрашиваются	Не окрашиваются	Не выявляются	—	—	—	—
Светло-коричневый	Светло-кремовый	Коричневый	Темно-коричневый	—	Не окрашиваются	—	—
Не окрашиваются	Коричнево-желтый	Светло-коричневый	Коричневый	—	То же	—	Темно-коричневый
То же	Не окрашиваются	Не окрашиваются	Не окрашиваются	—	Темный	—	—
—	Серо-синий*	То же	То же	—	То же	—	—
Коричневый	Коричневый	—	—	—	—	—	—
Не окрашиваются	Светло-коричневый**	Желтый	Не выявляются	Светлый контур	От темно-серого до черного	Контур частиц	Не окрашиваются
Не выявляются	Кремевый**	Коричневый	»	Серый	Не окрашиваются	Раствариваются	Темно-серый

ных сплавов. Характеристика фаз, идентификация которых возможна на нетравленных полированных шлифах, приведена ниже.

*Фаза*

*Характеристика фазы*

Mg <sub>2</sub> Si	Серо-голубая, на воздухе быстро тускнеет, покрываясь радужной пленкой
CaSi <sub>2</sub>	Серая, быстро тускнеет
CuAl <sub>2</sub>	Светло-розовая, слегка рельефная
NiAl <sub>3</sub>	Светло-серая с фиолетово-розовым оттенком
Co <sub>2</sub> Al <sub>3</sub>	Светло-серая
FeAl <sub>3</sub>	От бледно-лилового до серого с фиолетовым оттенком
MnAl <sub>6</sub>	Бледно-серая в двойных Al—Mn сплавах, чем больше марганца, тем темнее
CrAl <sub>7</sub>	Светло-серая
Si	Четкие рельефные включения серого цвета
α (AlMnSi)	Светло-серая, более темная и тусклая, чем Si
β (AlMnSi)	Более темная, чем α (AlMnSi), с более заметным серо-голубым оттенком, обычно в виде продолговатых игл
Al <sub>2</sub> CuMg	Бледно-лиловая с голубым оттенком
α (AlFeSi)	Серая с фиолетовым оттенком; часто имеет вид китайских иероглифов
β (AlFeSi)	Светло-серая, обычно иглообразной формы
(AlCuFe)	Серая
(AlFeMn)	Бледно-серая, как фаза MnAl <sub>6</sub>
(AlCuNi)	Серая с фиолетовым оттенком
(AlFeSiMg)	Перламутрово-серая
(AlCuFeMn)	Светло-серая
Ni <sub>4</sub> Mn <sub>11</sub> Al <sub>60</sub>	Серая с фиолетовым оттенком

Примечание. Фазы, состав которых точно не установлен, приведены в скобках.

Наиболее употребляемые реактивы для микротравления цветных металлов и сплавов приведены в табл. 10.

## 9. Реактивы для химического травления легированных нержавеющей и специальных сталей и сплавов

Реактив	Способ применения	Область применения
Азотная кислота 10 мл, соляная кислота 30 мл	Травление 5—60 с втиранием выдержанной 24 ч смесью или погружением в нее. Добавление воды замедляет процесс. При длительном травлении возможно появление питтинга	Для выявления границ зерен и структуры высоколегированных и нержавеющей сталей аустенитного класса в закаленном и состаренном состоянии
Азотная кислота 10 мл, соляная кислота 20, глицерин 30 мл	Травление в течение 10—30 с подогретого в горячей воде шлифа свежеприготовленным реактивом с добавлением в указанном порядке кислоты и глицерина. Травление чередуют с полировкой	Для травления железохромистых сплавов, быстрорежущих и марганцовистых сталей, выявления границ зерен и контуров частиц карбидов
Азотная кислота 10 мл, соляная кислота 20, глицерин 30, перекись водорода 20 мл	То же	Для выявления структуры хромоникелевых, хромомарганцовистых и всех железохромистых аустенитных сплавов
Хлорное железо 1—25 мл, соляная кислота 1—50, вода 100—120 мл	Травление в течение 10—60 с втиранием тампоном. Более концентрированные (в указанных пределах) растворы сокращают время травления	Для выявления структуры хромистых, хромоникелевых, вольфрамовых и других сталей аустенитного и ферритного класса, легированных никелем, молибденом, вольфрамом, ванадием, церием и др.
Феррицианид калия 10—30 г, едкое кали 10—30 г, вода 30—40 мл	Травление в свежеприготовленном холодном или кипящем растворе в течение 1,5—15 мин, при идентификации $\sigma$ -фазы — 20—40 с	Для травления вольфрамсодержащих шарикоподшипниковых и быстрорежущих сталей, различения $\sigma$ -фазы и феррита в железохромистых, железохромоникелевых и других железных сплавах
Перманганат калия 4 г, едкий натр 1—4 г, вода 100 мл	Травление в свежеприготовленном кипящем растворе 1—10 мин, в холодном — до 1 ч	Для окрашивания хромистых, хромоникелевых, углеродистых низколегированных и быстрорежущих сталей; раздельного выявления карбидов в сложнелегированных хромистых и хромоникелевых сталях
Сульфат меди 20 г, соляная кислота 100 мл, вода 100 мл	Травление погружением на 1—2 мин, можно применять многократное травление с переполровкой. Воду можно частично заменить спиртом. При выявлении зерна в реактив добавляют синтол или другие моющие средства	Для травления нержавеющей и жаропрочных сталей с никелем, хромом, кобальтом, бором и др.; выявления зерна в мартенситных сталях, определения содержания $\alpha$ -фазы; при кратковременном травлении — для выявления границ зерен, $\sigma$ -фазы и карбидов
Соляная кислота 50 мл, этиловый спирт 50 мл	Травление погружением, для замедления процесса снижают концентрацию кислоты до 20—10 %	Для травления хромистых, никелевых и нержавеющей сталей

# 10. Реактивы для химического травления цветных металлов и сплавов

Реактив *	Способ применения	Область применения
<b>Для алюминия и его сплавов</b>		
Плавиковая кислота 0,5—1 мл, соляная кислота 1,5, азотная кислота 2,5, вода 0,5 мл **	Травление погружением на время от 10—20 с до 15 мин. При выявлении границ зерен протирка тампоном до потускнения поверхности, затем промывка и сушка	Для выявления структуры сварных швов алюминия и его сплавов; окрашивания соединения в цвета: $Mg_2Si$ и $CaSi_2$ — от голубого до коричневого, $\beta(AlCuFe)$ — до светло-коричневого, $Ni_3Al$ , $(AlCuFeMn)$ , $Al_2Cu_2Mg$ и $Al_6CuMg$ — от коричневого до черного; $\alpha(AlSiFe)$ , $AlFeMn$ , $\alpha(AlCuFe)$ и $AlCuMn$ — до потемнения. Для четкого очерчивания и разъедания соединения $Al_3Mg_2$
Плавиковая кислота 0,5 мл, вода 99,5 мл	Травление втиранием 15 с, промывка, сушка	Для удаления деформированного поверхностного слоя и четкого выявления фаз всех алюминисных сплавов: соединения $FeAl_3$ и $MnAl_6$ — темнеют, $\alpha(AlCuFe)$ , $AlCuMg$ и $AlCuMn$ — чернеют; соединения $Mg_2Si$ и $CaSi_2$ — окрашиваются в голубой цвет, $Ni_3Al$ — коричневый, $\alpha(AlFeSi)$ — грязно-коричневый, $AlCrFe$ — светло-коричневый, $AlCuMn$ — коричневатый, $\alpha(AlMnSi)$ , $\beta(AlMnSi)$ и $AlCuFeMn$ — от светло-коричневого до черного, $\beta(AlFeSi)$ — от красно-коричневого до черного
Азотная кислота 25 мл, вода 75 мл	Травление погружением 40 с при температуре 70 °С, охлаждение в воде	Для очерчивания границ фаз, кроме $MnAl_6$ , особенно в сплавах $Al—Cu$ и $Al—Mg$ , выявления структуры сварных швов
Едкий натр 1—10 г, вода — до 100 мл	Травление погружением или втиранием 4—10 с при температуре 70 °С. Промывка водой или спиртом	Для очерчивания границ всех фаз, кроме $Al_3Mg_2$ (очерчивается слабо) и $AlCrFe$ (не травится и не окрашивается), выявления структур сварных швов
Азотная кислота 20 мл, плавиковая кислота 20, глицерин 60 мл	Травление погружением на 1—10 с; при выявлении границ зерен — чередование полировки и травления	Для выявления границ зерен, внутрикристаллической ликвации в сплавах
<b>Для магния и его сплавов</b>		
Азотная кислота 1 мл, диэтиленгликоль 75, вода 24 мл **	Травление погружением или втиранием 10—15 с, промывка горячей дистиллированной водой	Универсальный реактив, особенно эффективен для травления сплавов в литом и состаренном состоянии
Азотная кислота 2—8 мл, до 100 мл спирт — до 100 мл	Травление смачиванием; выдержка 3—5 с, промывка спиртом	Универсальный реактив
Плавиковая кислота 10 мл, вода дистиллированная 90 мл	Промывка травителем, затем горячей водой. Время травления 20—30 с. Для окрашивания матрицы погружают	Для травления сплавов $Mg—Al$ и $Mg—Al—Zn$ . $Mg_{17}Al_{12}$ темнеет; $Mg_3Al_2Zn_3$ не травится

Реактив *	Способ применения	Область применения
	в разбавленный спиртовой раствор пикриновой кислоты	
<b>Для меди и ее сплавов</b>		
Раствор хлорного железа. На 100 мл воды добавляют:	Нанесение травителя на поверхность шлифа, выдержка 15—20 с, промывка. Определение оптимального состава подбором. Использование чистого спирта или смеси воды и спирта (1 : 1) для повышения качества травления. Удаление образующейся на шлифе пленки	Основной реактив для травления меди, латуни, бронзы, сплавов с никелем и серебром, алюминиевой бронзы и др. $\beta$ -фаза в латуни темная, при последующем травлении реактивами с аммиаком или хромовой кислотой выявляются зерна. В сплавах меди с алюминием, фосфором и бериллием $\alpha$ -фаза темнеет
HCl, мл FeCl <sub>3</sub> , г 20            1 10 **        5 50            5 25            8 6             19 25            25		
Насыщенный раствор хромового ангидрида в воде		
Аммиак 50 мл, вода 50, перекись водорода (3%-ная) 2—5 мл		
Персульфат аммония 10 г, вода 100 мл **		
Травление погружением от нескольких секунд до полутора минут	Для травления меди, латуни, бронзы и сплавов с никелем и серебром, выявления границ зерен и оксидных включений; окрашивания $\beta$ -фазы до бледно-желтого и $\alpha$ -фазы — до темно-желтого цветов.	
Травление погружением или витрианием в течение 5—15 с	Для травления меди, одно-и многофазных сплавов, латуни, бронзы, холоднодеформированных меди, латуни и бронзы. В оловянных бронзах эвтектоид светлый, богатые медью дендриты — темные	
Травление в холодном или кипящем реактиве до 2 мин, при выявлении фигур травления — до 12 мин	Для травления латуни, бронзы, сплавов с никелем и серебром, алюминиевой бронзы	
<b>Для титана и его сплавов</b>		
Плавиновая кислота 1 ч., азотная кислота 1—2 ч., вода 3—6 ч.	Соотношение частей может быть изменено. Смачивание поверхности травителем. При появлении темного осадка — погружение на несколько секунд в 90%-ный раствор азотной кислоты, а затем промывка. При травлении отожженных сплавов воду заменяют глицерином	Универсальный реактив для травления сплавов титана с марганцем, железом, никелем, хромом, кобальтом, ванадием, молибденом, бором, ниобием, серебром, бериллием, выявления структуры швов
Плавиновая кислота 4—10 мл, вода — до 100 мл	Травление погружением или с помощью тампона в течение 10—20 с, потом промывка теплой водой. Для предупреждения образования пятен в реактив добавляют не более 4 % 30%-ной перекиси водорода	Для травления титана и его сплавов

Реактив *	Способ применения	Область применения
<b>Для олова и его сплавов</b>		
Азотная кислота 3—5 мл, спирт — до 100 мл	Смачивание поверхности травителем и выдержка в течение нескольких секунд	Универсальный реактив для слабого окрашивания интерметаллических соединений и потемнения матриц
Соляная кислота 2 мл, хлорное железо 10 г, вода 95 мл	Травление втиранием с добавкой спирта	Для травления всех сплавов олова, окрашивания в коричневый цвет $\beta$ -фазы сплавов Sn—Cd, почернения твердых растворов, содержащих кадмий
Азотная кислота — 1 ч., ледяная уксусная кислота — 3, глицерин — 5 ч.**	Травление реактивом при 38—40 °С погружением или втиранием	Для травления всех сплавов олова

\* Кислоты концентрированные.

\*\* Реактив пригоден для выявления границ зерен.

### ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОЕ ТРАВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МИКРОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

По сравнению с электрополировкой травление требует значительно меньших напряжений на клеммах (в десятки и сотни раз) и меньшей продолжительности (в 10—50 раз). При оптимальных условиях процесса различные структурные составляющие растворяются с разной скоростью, что и позволяет выявить структуру. Структурные составляющие, не проводящие или плохо проводящие электрический ток (шлаки, карбиды, сульфиды, оксиды), практически не подвергаются растворению и образуют рельеф на травимой поверхности [23; 53].

Образцы для электролитического травления могут быть подготовлены любым способом, но лучшие результаты достигаются при подготовке

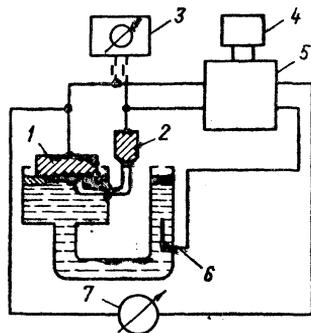


Рис. 7. Потенциостатическая измерительная ячейка:

1 — плоскость шлифа исследуемого образца; 2 — каломельный электрод; 3 — вольтметр; 4 — задаваемое напряжение; 5 — потенциостат; 6 — обратный электрод; 7 — амперметр.

поверхности электрополировкой. Особенно важно это для получения одноцветных и ровных пленок при окрашивающем пленочном анодном травлении. Электролитическому травлению редко подвергают образцы углеродистой стали и чугуна, так как их структуру легко выявить химическим травлением. Электролитическое травление чугуна можно применить для избирательного окрашивания цементита или раздельного выявления двойной и тройной фосфидных эвтектик.

Электролитическое травление образцов легированной стали позволяет эффективно и быстро выявить детали структуры. Основные реактивы для электролитического травления по данным работ [36; 43; 53; 55; 60] приведены в табл. 11 и 12.

## 11. Электролитическое травление стали

Группа стали или фаза	Электролит	Область применения
Углеродистые и низколегированные	Хромовый ангидрид 10 г, вода 100 мл	Для увеличения интенсивности травления в ряду феррит → аустенит → цементит. Фосфиды травятся слабо. Карбиды в быстрорежущей стали темнеют
Аустенитные и с высоким содержанием никеля	Хлористый калий 75 г, кислота лимонная 5 г, вода 1000 мл Щавелевая кислота 10 г, вода 100 мл	Для тонкого травления низколегированных перлитных сталей и четкого выявления в них карбидов Универсальный реактив. Контрастность травления зависит от напряжения. Карбиды травятся быстрее, чем общая структура. Для выявления σ-фазы в хромоникелевых сталях и структуры сварных соединений
Нержавеющие, быстрорежущие	Серная кислота 5 мл, вода дистиллированная 95 мл Соляная кислота 10 мл, спирт этиловый безводный 90 мл Хлорное железо 10 г, соляная кислота 30 г, вода 120 мл	Для выявления δ-феррита, границ зерен, σ-фазы, первичных карбидов, в сплавах и сварных швах
Высокохромистые	Гидроокись натрия 5—8 г, вода 1000 мл	Для выявления общей структуры, границ зерен; фаз никелевых, карбидов титановых сплавов; σ-фазы в швах хромоникелевых сталей
Карбиды, нитриды, вольфраматы в быстрорежущих и других сложнолегированных сталях	Щелочной пикрат натрия  Уксусный свинец 8—10 г, вода дистиллированная 100 мл	Для окрашивания цементита (от темно-коричневого до черного). Не травится карбид вольфрама Для различения σ-фазы и карбидов в сталях и сварных соединениях. σ-фаза окрашивается в коричневый цвет, карбиды — белые на голубом фоне аустенита
σ-фаза	Н-раствор гидроокиси калия	Для окрашивания σ-фазы. Карбиды выявляют последующим электроотравлением в концентрированном растворе аммиака

## 12. Реактивы для электролитического травления цветных металлов и сплавов

Материал образца	Электролит	Режим полирования			Примечание
		Плотность тока, А/дм <sup>2</sup>	Напряжение, В	Время, с	
Алюминий и его сплавы	Фтороборная кислота 1—2 мл, вода 99—98 мл	10—25	—	20—30	Не пригоден для сплавов с большим количеством меди
	Ортофосфорная кислота	2,1	—	3—5	—
	Серная кислота 20 мл, вода 80 мл	0,3	—	60—360	—

Материал образца	Электролит	Режим полирования			Примечание
		Плотность тока, А/дм <sup>2</sup>	Напряже-ние, В	Время, с	
Магний и его сплавы Титан и его сплавы	Плавиковая кислота (40 %-ная) — 10 мл, глицерин 55 мл, вода 35 мл	1,5	7—8	До 300	Для чистого алюминия
	Едкая щелочь 10 г, вода 50 мл	0,55	4	120—240	Катод — медь
	Едкая щелочь 2 г, перманганат калия 2 г, вода 100 мл	5—10	2—4	5—15	Применим для никелевых сплавов
Медь и медные сплавы	Плавиковая кислота 5 мл, глицерин 10 мл	—	3—4	5—10	Для сплавов с алюминием
	Ортофосфорная кислота (плотность 1,5—1,7 г/см <sup>3</sup> )	0,1—0,5	—	60—120	—
	Уксуснокислый аммоний 100 г/л	0,3	—	До 30 мин	—
Свинцовые сплавы	Ледяная уксусная кислота 5 мл, азотная кислота 10, вода — 85 мл	В зависимости от состава сплава и его обработки			Для выявления ликвации
	Хлорная кислота 30 мл, вода 270 мл	9	2	10	Расстояние между электродами 4—5 мм
Олово и сплавы	Ледяная уксусная кислота 130 мл, хлорная кислота — 50 мл	3—6	—	—	—

В процессе электролитического травления существенную роль играет потенциал полированной поверхности. Для поддержания постоянного, заранее заданного потенциала образца в электролите применяют потенциостат — электронный регулятор с трехэлектродной ячейкой (рис. 7), третий электрод (каломельный) — эталонный. Установив потенциал, при котором происходит преимущественное растворение исследуемой фазы, можно направить процесс травления так, что в многофазных сплавах будут растворяться только определенные фазы (фазная изоляция) [23].

Травление с потенциостатированием особенно рекомендуется для металлов и сплавов, поляризационные кривые которых имеют широкую область пассивности, например, для хромистых и хромоникелевых сталей. По сравнению с обычными методами химического и электролитического травления потенциостатический способ травления позволяет получить более воспроизводимые результаты.

## ТЕПЛОЕ ТРАВЛЕНИЕ

При нагреве на воздухе значительная часть металлов (железо, никель, кобальт, марганец, медь, олово, свинец, кадмий и др.) образует на поверхности окисные пленки, толщину и состав которых определяет физическая природа структурных составляющих, температура и продолжительность нагрева. Интерференция отраженного от полированной поверхности света в окисной пленке и вызывает «тепловое окрашивание». Способ теплового (термического) травления основан на различии скоростей окисления структурных составляющих с неодинаковым химическим строением (например, феррит, цементит, фосфид) и на различии в ориентации выделившихся фаз. Метод применим для изучения измененной концентрации твердых растворов, определения ориентировки зерен или двойников в однофазных сплавах, дифференциации фаз, выявления структуры сплавов, под-

вергнутых химико-термической обработке. Последовательность появления цветов при тепловом травлении и их зависимость от толщины пленки следующая: соломенный (до 16 нм), желтый (до 46 нм), красный, фиолетовый (до 55 нм), синий (до 57 нм), зеленый (до 65 нм), серо-зеленый [36; 46; 67]. В процессе окисления один и тот же цвет пленки может повторяться, поэтому при идентификации фаз обязательно учитывается время образования пленки.

Шлиф для теплового травления нагревают в расплавах селитры, свинца, олова, эвтектических сплавов свинца и сурьмы или свинца и олова, что обеспечивает стабильность температуры. Можно нагревать образец на медном листе, установленном на песочную баню. При постоянном применении метода лучше использовать печь с регулятором температуры. Тщательно обезжиренный и просушенный образец погружают в ванну с расплавом так, чтобы его поверхность выступала над уровнем расплава на 1—2 мм. О ходе окисления в начале процесса можно судить по уменьшению интенсивности отражения, окисленный срез шлифа становится матовым. Охлаждать образец следует быстро в ртути, воде или на массивной металлической плите, чтобы воспрепятствовать дальнейшему окислению. На поверхность не должны попадать капли жидкости. На некоторых сплавах образуются прочные пленки, что позволяет увеличить цветовой контраст легкой полировкой. Для более четкого выявления границ фаз применяют предварительное химическое травление.

Последовательность окрашивания структурных составляющих в чугунах следующая: перлит, феррит, цементит, фосфидная эвтектика [3]. Полировка в течение нескольких секунд снимает окраску с цементита.

При 300 °С ферритные зерна в стали сильно окрашиваются, цементит окрашен слабее, карбиды хорошо заметны, так как они не окрашиваются. Нагрев до 500—700 °С предварительно протравленных образцов позволяет дифференцировать аустенит, феррит и  $\sigma$ -фазу.

В термически обработанных сталях последовательно окрашиваются троостит, сорбит, мартенсит, аустенит, карбиды, интерметаллиды. При тепловом травлении стали, подвергнутой химико-термической обработке, цементованные и азотированные образцы нагревают в течение 5—15 мин до 260 °С, цианированные — до 300, хромированные — до 600 °С.

Существенный недостаток метода теплового травления заключается в том, что для получения окисной пленки часто необходим нагрев до температур, при которых возможны изменения в структуре образца. Кроме того, получение идентичных результатов требует тщательной обработки методики.

## МАГНИТНЫЙ МЕТОД ВЫЯВЛЕНИЯ СТРУКТУРЫ

Современная магнитная металлография — осаждение на полированную поверхность коллоидных частиц — имеет своей целью выявление структуры сталей и сплавов. Коллоидные ферромагнитные частицы притягиваются полями спонтанной намагниченности к ферромагнитным структурным составляющим, образуя локальные сгущения — узор, позволяющий наблюдать под микроскопом распределение магнитных составляющих в гетерогенных сплавах. При просмотре под микроскопом участки магнитных фаз выглядят темными, аустенит и специальные карбиды — светлыми. Карбиды легко отличимы от аустенита по четкой округлой или угловатой форме.

Применение магнитного метода эффективно для установления наличия остаточного аустенита в углеродистых и легированных инструментальных сталях. Высокая чувствительность метода позволяет не только установить присутствие аустенита, не определяемого рентгеноструктурным методом, но и оценить его распределение в структуре. Метод магнитной металлографии применим для контроля отпуска быстрорежущей стали путем сопоставления микроструктуры сдаточного образца с контрольным, подвергнутым дополнительному отпуску [67]. Метод удобен для выявления неоднородного распределения мартенсита по сечению прутков или листа. В жаропрочных сталях и наплавленном металле шва таким методом может быть выявлено присутствие  $\sigma$ -фазы.

Описанные выше возможности магнитной металлографии предусматривают нанесение на поверхность шлифа магнитной пасты. Чувствительность метода резко возрастает с увеличением концентрации частиц в коллоидной системе и их дисперс-

ности. Магнитную пасту МПЕ или приготовленную по способам, описанным в работах [4; 67], сплошным слоем наносят на поверхность образца, после чего мыльной пеной отмывают незакрепившиеся частицы. При использовании суспензии магнитного порошка структуру выявляют через посредство магнитных полей рассеяния, создаваемых магнитной неоднородностью. В случае намагничивания образца внешним магнитным полем эффект выявления ферромагнитных включений обуславливается величиной остаточной намагниченности и коэрцитивной силой включений.

Структуру, выявленную магнитным методом, следует фотографировать во влажном состоянии. При изучении микроструктуры методом магнитной металлографии железные частицы предметного столика микроскопа заменяют на медные или латунные.

## Глава III

### МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

#### СВЕТОВЫЕ И ЭЛЕКТРОННЫЕ МИКРОСКОПЫ.

#### МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Общее увеличение микроскопа  $V$  равно произведению увеличения объектива  $F_{об}$  на увеличение окуляра  $F_{ок}$ . Увеличение объектива вычисляется как частное от деления оптической длины тубуса (расстояние между задней фокальной плоскостью объектива и передней фокальной плоскостью окуляра)  $\Delta$  на фокусное расстояние объектива  $F_{об}$ . Увеличение окуляра равно частному от деления расстояния видения  $D$  (250 мм) на фокусное расстояние окуляра  $F_{ок}$ .

Разрешающая способность оптического прибора определяется наименьшим расстоянием между двумя раздельно наблюдаемыми точками. Разрешающая способность микроскопа  $\delta$  зависит от апертуры объектива  $A$  и длины световой волны  $\lambda$ . Отсюда следует, что разрешающую способность можно повысить, увеличив апертуру объектива или уменьшив длину волны. Одним из способов увеличения апертуры объектива является помещение между объектом исследования и фронтальной линзой объектива вещества с показателем преломления больше единицы. Таким веществом может быть иммерсионная жидкость — кедровое масло, глицерин и др.

Металлографические микроскопы отличаются от геологических, биологических и других тем, что рассматриваемый объект непрозрачен, и лучи, направленные на объект, должны отразиться от него и попасть в глаз наблюдателя, пройдя через тот же объектив. Металлографические микроскопы включают оптическую, осветительную, механическую и фотографическую системы. В лабораторной практике применяются микроскопы МИМ-7, МИМ-8, МИМ-9, МИМ-14, МИР-1.

Для массового контроля микроструктуры обычно используют микроскоп МИМ-7 вертикального типа. Оптическая система позволяет просматривать шлифы при увеличении от 60 до 1440 и фотографировать при увеличениях от 70 до 1350. В исследовательских целях чаще используют микроскоп МИМ-8 горизонтального типа. Визуально структуру изучают при увеличениях от 100 до 1350, фотографируют — от 45 до 2000.

По степени исправления хроматической аберрации объективы металлографических микроскопов делятся на ахроматические и апохроматические, у которых хроматическая аберрация соответственно исправлена для двух и трех длин волн. Объективы рассчитываются на различную длину тубуса: 160, 190 мм и бесконечность. В последнем случае в тубус следует вставить дополнительную тубусную линзу, которая «переносит» изображение в фокальную плоскость окуляра.

Окуляры служат для укрупнения того изображения, которое создает объектив. Они не позволяют различать новые объекты, а также не увеличивают разрешающую способность системы. У обычных окуляров собственное увеличение находится в пределах от 3 до 20.

Окуляры устроены так, что в определенной степени исправляют остаточные аберрации объективов. Наиболее просто устроен окуляр Гюйгенса, который предназначен для работы с ахроматическими объективами малых и средних увеличений. Компенсационные окуляры применяют для устранения остаточной хромати-

ческой аберрации, но поле зрения у них более искривлено, чем у объективов. Фотографировать при искривленном поле изображения нельзя, поэтому для получения более плоского изображения на экране или фотопластинке применяют фотоокуляры. Наиболее полное исправление кривизны изображения получается при использовании гомалей. Однако они примерно на  $1/3$  уменьшают поле зрения, которое наблюдалось визуально.

Для того чтобы правильно использовать оптику, необходимо знать рациональные сочетания окуляров и объективов. При подборе окуляра и объектива следует придерживаться определенной величины соотношения увеличения и апертуры: увеличение должно находиться в пределах 500—1000 апертур. Например, при использовании объектива с апертурой 0,30 увеличение не должно быть меньше 150 и больше 300. В табл. 13 приведены рациональные комбинации объективов и окуляров микроскопа МИМ-7 при визуальном наблюдении и фотографировании.

### 13. Рациональные комбинации объективов и окуляров микроскопа МИМ-7

Объектив		Увеличение микроскопа при увеличении окуляра						
Фокусное расстояние $F$	Апертура, $A$	×7	×10	×15	×20	×7	×10	×15
		Визуальное наблюдение				Фотографирование		
23,2	0,17	(60) *	90	130	170	(70)	120	160
13,89	0,30	(100)	140	200	300	(115)	200	270
8,16	0,37	170	240	360	500	200	340	450
6,16	0,65	(250)	320	500	(650)	(260)	440	600
2,77	1,25	500	720	1080	(1440)	575	1000	1350
2,79	1,00	500	720	1080	(1440)	575	100	(1350)

\* В скобках приведены увеличения, которые не рекомендуются для применения.

Повышение качества и изменение контрастности изображения, уменьшение освещенности и защита от теплового излучения достигаются светофильтрами различных цветов. Зеленый светофильтр при работе с ахроматическими объективами увеличивает резкость изображения и уменьшает кайму вокруг него, фиолетовый или синий — выделяет наиболее коротковолновую часть спектра, повышая разрешающую способность микроскопа и четкость изображения. Яркость структурной составляющей увеличивается при использовании светофильтра того же цвета. Чтобы уменьшить яркость структурной составляющей, цвет светофильтра должен быть дополнительным к цвету этой структурной составляющей. Уменьшение освещенности усиливает контрастность изображения; для этой цели в качестве светофильтра применяют матовые пластинки.

На металлографических микроскопах установлены светофильтры: зеленый ЗС-1, оранжевый ОС-11, желто-зеленый ЖЗС-5, синий СС-2 и матовый. Число, входящее в обозначение светофильтра, показывает, во сколько раз уменьшается световой поток, проходящий через светофильтр, и называется кратностью светофильтра.

Увеличение контрастности изображения достигается несколькими способами. Один из них предусматривает уменьшение количества рассеянного света, возникающего от слишком крупного источника света, при отражении от поверхности оптических деталей микроскопа, внутренних стенок тубуса, мехов фотокамеры, объекта, рассеивающего светофильтр. Для устранения вредного рассеяния света необходимо правильное центрирование полевой и умеренное уменьшение апертурной диафрагмы.

Контрастность изображения повышается при косом и темнопольном освещении. Косое освещение (освещение лучами, не параллельными оси микроскопа) получается включением специальной призмы или смещением апертурной диафрагмы (апертурная диафрагма может перемещаться в радиальном направлении до 7 мм и поворачиваться на  $360^\circ$ ). Так как косое освещение несколько искажает изображение, при нем не рекомендуется выполнять количественные измерения.

Темнопольное изображение формируется не прямыми лучами, идущими через объектив, а рассеянными, идущими через специальные конденсоры. При этом изучаемая поверхность выглядит темной, а рельефные участки, рассеивающие свет, — четкими, светлыми и яркими. В описаниях микроскопов имеются указания о соответствии конденсоров и объективов. При изучении структуры в темнопольном изображении апертурная диафрагма должна быть полностью открытой и включена диафрагма темного поля.

Для проведения количественных исследований в комплект микроскопов входят окулярные вкладыши — стеклянные пластинки с нанесенными шкалами, квадратными сетками, перекрестиями. Окуляр со вставленным измерительным вкладышем называется окуляр-микрометром. Расстояние между делениями шкалы окуляр-микрометра равно 0,1 мм. В зависимости от применяемого объектива изменяется цена деления окуляр-микрометра; ее определяют с помощью объект-микрометра. Последний представляет собой металлическую пластинку со шкалой, имеющей 100 делений с расстоянием между ними 0,01 мм. Цена деления окуляр-микрометра  $d_{ок}$  определяется по формуле

$$d_{ок} = 0,01 m/n,$$

где  $m$  — количество делений шкалы объект-микрометра, укладываемых в кратное количество делений окуляр-микрометра  $n$ . При проверке увеличения при фотографировании подсчитывают количество делений объект-микрометра, укладываемых в целое количество делений на матовом стекле (цена деления равна 1 мм).

Один из наиболее эффективных методов современного металловедения — электронная микроскопия базируется на использовании волновой природы быстро движущихся электронов с малой длиной волны, что позволяет существенно увеличить разрешающую способность электронного микроскопа по сравнению со световым.

Разрешающая способность отечественных микроскопов УЭМВ-100К, УЭМВ-150, ЭМВ-100Л, ЭМ-8 и других находится в пределах 0,3—0,8 нм, максимальное увеличение при этом может достигать 150—400 тысяч. Некоторые микроскопы зарубежных фирм «Джеол» и «Хитачи» (JEM-100В, JEM-100V, JEM-200А, JSEM-200, «Хитачи»-200F) характеризуются разрешающей способностью 0,2—0,4 нм при максимальном увеличении 200—500 тыс. В повседневной металловедческой практике чаще всего используются увеличения 5—20 тысяч.

Электронный микроскоп состоит из электронной пушки и оптической системы электронно-магнитных линз (конденсорных, объективной, проекционной), формирующей изображение на флуоресцирующем экране либо фотопластине. Требуемая величина свободного пробега электронов обеспечивается при создании в системе микроскопа вакуума не ниже 1,32 мкПа.

В электронной пушке, представляющей собой вольфрамовую нить (катод), окруженную экраном (цилиндр Венельта), и анод с отверстием посередине, происходит эмиссия и ускорение электронов. Поток электронов через отверстие в аноде попадает в колонну микроскопа и, пройдя через конденсорную линзу, фокусируется на объекте. Затем лучи, формирующие изображение, проходят через объективную линзу, обеспечивающую четкость изображения, и проекционную, определяющую увеличение конечного изображения в широком диапазоне.

Различают просвечивающие (трансмиссионные), описанные выше, и растровые электронные микроскопы (РЭМ). В просвечивающем микроскопе конечное изображение формируется в результате различного рассеивания потока электронов, проходящих через объект, в растровом — происходит сканирование электронного луча по поверхности объекта, и изображение, строящееся по точкам, формируется в результате взаимодействия электронного луча с поверхностью объекта. Взаимодействие проявляется в упругом и неупругом рассеивании электронов, вторичной эмиссии электронов поверхностью объекта, отражении, поглощении, поляризации, в наличии рентгеновских и световых лучей. Природа и интенсивность регистрируемого сигнала определяют характер получаемого изображения и информации об объекте исследования. Современные растровые микроскопы позволяют работать в различных режимах (вторичных электронов, отраженных, поглощенных и др.). Разрешающая способность этих микроскопов составляет

10—20 нм, минимальное увеличение — около 15, максимальное — 50 000. Благодаря большой глубине резкости, значительной разрешающей способности, возможности проводить прямое исследование поверхности образца, получать трехмерное изображение, растровый электронный микроскоп находит все более широкое применение, успешно восполняя пробел между световым и электронным просвечивающим микроскопами.

При работе с просвечивающими электронными микроскопами используют прямые и косвенные методы исследования. В качестве объекта при прямом исследовании применяют тонкие фольги (0,25—0,5 мкм), изготавливаемые из компактного материала путем химического либо электролитического утонения и полировки, а также конденсацией металла из газовой фазы [10; 71; 77]. Чаще всего тонкие фольги готовят из заготовок толщиной от 0,1 до 1 мм, подвергая их химическому или электролитическому растворению (утонению). Химическое растворение по сравнению с электролитическим протекает более равномерно и позволяет утонять более массивные образцы. При этом практически отсутствуют разогрев образца и загрязнение его поверхности (при правильном выборе реактива) продуктами травления. Однако он применяется в основном для чистых металлов и однофазных сплавов из-за трудностей экспериментального подбора соответствующих химических реактивов.

Электролитические утонение и полирование распространены более широко и имеют много разновидностей [10]. Поверхность образца, являющегося анодом, помещается напротив катода (например, листа платины). После подбора оптимального режима полировки (оптимальная плотность тока, режим охлаждения электролита, состав электролита, катоды и др.) приступают к приготовлению фольг. В качестве электролитов применяют в большинстве случаев растворы, содержащие сильные комплексообразователи. При получении фольг из сплавов железа рекомендуют электролиты следующего состава и режима травления:

1) 135 г уксусной кислоты, 25 г хромового ангидрида, 7 мл воды (уксусный электролит). Плотность тока 0,1—0,2 А/см<sup>2</sup>, напряжение 26 В. Продолжительность полировки 1,5—2 ч при температуре электролита не выше 30 °С;

2) 860 мл ортофосфорной кислоты, 100 г хромового ангидрида (ортофосфорный электролит). Плотность тока 2—3 А/см<sup>2</sup>, напряжение 18 В. Продолжительность полировки 15 мин при температуре электролита не выше 50—60 °С.

После предварительного утонения образца проводят тонкую электролитическую полировку таким образом, чтобы в нем образовалось хотя бы одно отверстие. Тонкие клиноподобные области (100—300 нм) вблизи отверстия вполне пригодны для исследования их на просвет в электронном микроскопе.

Для утонения образцов и получения отверстий в фольге можно применять также ионную бомбардировку. Этот метод успешно используется для алюминия и кремния, но требует больших затрат времени.

Подготовленную для исследования фольгу помещают в объектодержатель микроскопа. Следует соблюдать осторожность при вырезке и установке объекта, чтобы исключить механические повреждения его и внесение различных дефектов в кристаллическую решетку (например, дислокаций).

Просвечивающая электронная микроскопия тонких фольг позволяет получать металлографические и дифракционные сведения о реальной структуре металлов и сплавов. С помощью дифракционной электронной микроскопии изучают несовершенства кристаллической структуры (дислокации, дефекты упаковки, вакансии и др.), имеющее место при пластической деформации, а также фазовые превращения (мартенситное, эвтектичное, упорядочение, старение и др.). Микродифракционная картина кристаллического объекта дает информацию о кристаллической структуре фаз, их взаимной ориентировке и т. д.

Одним из недостатков метода фольг является возможное несоответствие структур фольги и массивного образца вследствие релаксации внутренних напряжений и увеличения роли поверхности, что вызывает перераспределение дефектов и даже выход их на поверхность при утонении образцов до 100—300 нм. Для большего соответствия реальных структур структуре фольги целесообразно применение высоковольтной электронной микроскопии с ускоряющим напряжением до 1000 кВ, позволяющей проводить исследования на объектах толщиной несколько микрометров.

Косвенные методы исследования предполагают приготовление специальных

гонких слепков (реplik) с поверхности протравленного шлифа либо излома исследуемого образца. Материал реплики должен обладать способностью точно воспроизводить особенности микрорельефа, быть бесструктурным, химически устойчивым, достаточно прозрачным, в малой степени рассеивать электроны и отделяться от поверхности образца без разрушения. В зависимости от применяемых материалов различают оксидные, углеродные, лаковые, кварцевые, титановые и другие реплики [10; 75; 77].

Толщина реплики ограничивается способностью электронного луча проходить сквозь нее и может быть определена из выражения

$$h = T \sec Q,$$

где  $h$  — толщина реплики;  $T$  — локальная толщина реплики;  $Q$  — угол между направлением нормали и электронным лучом.

Для приготовления реплик используют в основном два метода — одноступенчатый (прямой) и двухступенчатый. В первом случае реплику получают либо напылением углерода, либо путем образования тонкой оксидной пленки на поверхности шлифа; во втором — нанесением тонкого слоя пластичного материала (коллодия, ацетатной основы рентгеновской пленки и др.) и последующего напыления углеродом.

Одноступенчатые углеродные реплики получают напылением углерода в вакууме на поверхность шлифа при пропускании через угольные электроды тока 50—100 А. Образующаяся углеродная пленка при достаточной толщине (15—30 нм) характеризуется хорошим контрастом. Повышение контраста углеродных реплик может быть достигнуто при напылении углерода под острым углом (самотеняющиеся реплики), а также при использовании углеродных реплик в сочетании с тяжелыми металлами. Так, напыление комбинированным электродом, содержащим углерод и платину (80 %), либо одновременное раздельное их напыление позволяет получить разрешение реплики около 1—2 нм.

Углеродную реплику от поверхности шлифа отделяют с помощью химического и электролитического подтравливания металла после нанесения на поверхность шлифа с репликой сетки надрезов, с которых начинается растворение металла. Режимы отделения, травители и электролиты подбираются в зависимости от материала исследуемого металлического образца, дисперсности и гетерогенности его структуры и т. п. [75].

При изготовлении оксидных реплик используется способность некоторых материалов (алюминий и его сплавы) образовывать аморфные пленки при соответствующей электрохимической обработке в специальных электролитах [75]. Распространенным электролитом является раствор фосфористого натрия (1,2 %) и серной кислоты (0,4 %) в воде. Оксидирование проводят при плотности тока 2—3 А/дм<sup>2</sup>, напряжении 40—50 В, температуре электролита не выше 30 °С в течение 5—7 мин. После промывки в дистиллированной воде образец просушивается, на его поверхность острой стальной иглой или лезвием наносится сетка надрезов. Оксидную пленку отделяют электрополированием (хлорная кислота — 1 г, ледяная уксусная кислота — 9 г) либо химическим травлением, например, в растворе сулемы. Отделенную реплику промывают в 10%-ном растворе соляной кислоты, затем в дистиллированной воде. Оксидные реплики характеризуются прочностью, плотностью, устойчивостью под электронным пучком, хорошим контрастом изображения, точно отображают строение микрорельефа, структуру травления, границы зерен и др.

Существенным недостатком одноступенчатых углеродных и оксидных реплик является невозможность повторного исследования выбранного участка образца в связи с искажениями его поверхности при электрополировке либо химическом травлении в процессе препарирования.

Указанного недостатка лишен двухступенчатый метод приготовления реплик. В этом случае для получения первичного отпечатка применяют пластичные материалы (коллодий, нитроцеллюлоза, формвар, быстротвердеющие пластики и др.). Наиболее распространенным материалом является коллодиевая пленка (ацетатная основа рентгеновской пленки) толщиной 0,2—0,3 мм [78]. На поверхность пленки наносят ацетон и после ее размягчения (растворения) плотно прижимают к исследуемой поверхности образца. После высыхания (25—30 мин) пленку механически отделяют (сдирают) от образца, закрепляют на стеклянной пластине

и помещают в вакуумную камеру поста для напыления, например, углеродом и оттениения каким-либо тяжелым металлом. Затем реплику помещают в ацетон до полного растворения нитроцеллюлозной пленки.

Электровакuumное оттениение, т. е. осаждение на поверхность реплики или образца тяжелого металла, проводят для повышения контраста изображения и выявления особенностей строения микрорельефа. Наиболее эффективно оттениение следующими элементами (в убывающем порядке): иридий, платина, рений, серебро, золото, вольфрам, хром; используется также и углерод.

К недостаткам метода двухступенчатых реплик следует отнести возрастающую возможность методических ошибок и погрешностей (артефактов), связанных с увеличением числа операций и видов обработки реплики.

Для исследования гетерофазных структур применяется полупрямой метод экстракционных реплик, который представляет собой по существу сочетание микро-структурного и фазового анализов. При этом исследуемая поверхность шлифа либо излома [24] подвергается электролитическому травлению при режимах, обеспечивающих растворение основного твердого раствора (матрицы). Нерастворившиеся частицы исследуемой фазы (например, карбидной), слабо связанные с металлической основой и выступающие над поверхностью металла, могут быть перенесены в углеродную реплику при последующих операциях напыления и электролитического отделения. Экстрагированные в реплику частицы сохраняют характер распределения их в исходной поверхности металла и могут быть идентифицированы с помощью электронной микродифракции. Метод экстракции реплик используется также для изучения формы, размеров и распределения различных дисперсных фаз.

## МИКРОСТРУКТУРА СТАЛИ И ЧУГУНА

Структура стали в равновесном состоянии определяется, в основном, содержанием углерода. В микроструктуре горячедеформированной и отожженной низкоуглеродистой стали феррит встречается в виде полигональных зерен неправильной формы и разных размеров. В зависимости от ориентации зерен к плоскости шлифа зерна феррита травятся неодинаково. В стали с содержанием углерода до 0,03 % в связи с резко уменьшающейся с понижением температуры концентрацией углерода в структуре присутствует третичный цементит.

Иногда внутри ферритных зерен наблюдаются границы субзерен, часто преувеличенные. Они выявляются не всегда одинаково четко, так как интенсивность травления зависит от ориентации зерен феррита. Границы субзерен могут образовывать беспорядочную сетку с ячейками неодинакового размера. В более крупной структуре границы субзерен видны более отчетливо. Считается, что после быстрого охлаждения границы субзерен не выявляются (рис. 8, а).

В низкоуглеродистых сталях при определенных условиях образуется структура, в которой доэвтектоидный феррит выделяется по некоторым металлографическим плоскостям в виде пластинок (игл). Такая структура часто образуется в литых сталях, а также после высокотемпературных перегревов и называется видманштеттовой. Иглы феррита в ней расположены в виде параллельных групп. Видманштеттова структура выражена особенно четко после быстрого охлаждения малоуглеродистой стали с очень крупным зерном аустенита (рис. 8, б).

Содержание углерода свыше 0,03 % вызывает образование перлита (эвтектоида), количество которого непрерывно возрастает с повышением концентрации углерода и достигает 100 % в углеродистой стали с содержанием углерода 0,8 %. Доэвтектоидная сталь имеет две структурные составляющие: феррит и перлит (рис. 8, в). Последний может быть пластинчатым и зернистым.

Пластинчатый феррит легко обнаруживается в микроструктуре и ясно отличим от феррита (рис. 8, г). В низкоуглеродистых сталях перлит и феррит распределяются по-разному в зависимости от условий охлаждения. Во время непрерывного охлаждения образуются нормальные структуры, состоящие из зерен феррита, областей перлита и сетки феррита, окружающей перлит. В среднеуглеродистых сталях ферритная сетка становится тоньше, тоньше и короче могут быть пластины цементита в перлите, расстояние между пластинами может уменьшаться.

Количество перлита в структуре можно определить по отношению общей площади, занимаемой перлитом, ко всей площади изучаемой структуры. Для

определения содержания углерода в отожженной доэвтектоидной стали нужно определить отношение площади, занимаемой перлитом, к общей видимой площади микрошлифа и полученную величину умножить на 0,8 %. В эвтектоиде с содержанием углерода 0,8 % перлит состоит из 87 % феррита и 13 % цементита. Пластинки феррита в перлите примерно в 7 раз шире пластинок цементита. Однако ширина

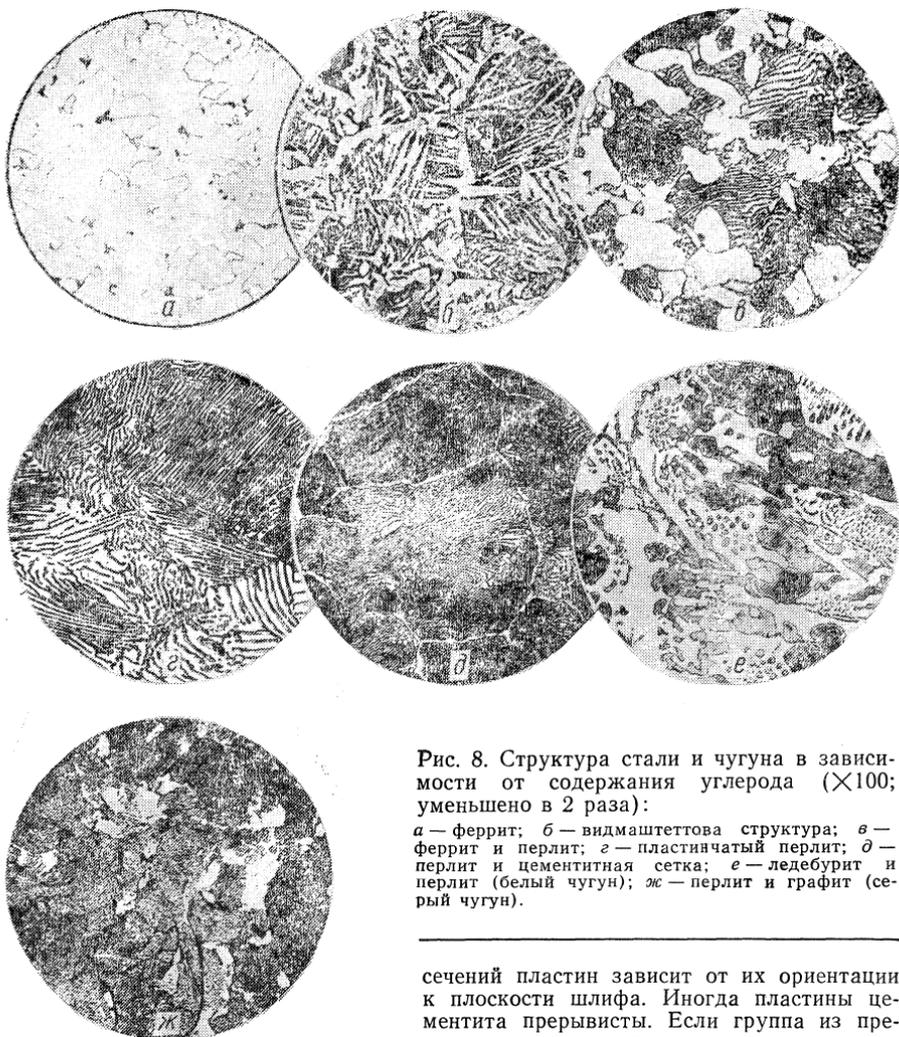


Рис. 8. Структура стали и чугуна в зависимости от содержания углерода ( $\times 100$ ; уменьшено в 2 раза):

*а* — феррит; *б* — видмашеттгова структура; *в* — феррит и перлит; *г* — пластинчатый перлит; *д* — перлит и цементитная сетка; *е* — ледебурит и перлит (белый чугун); *ж* — перлит и графит (серый чугун).

ротками. Встречаются структуры, в которых от толстого стержня цементита ответвляются более узкие пластинки.

В малоуглеродистых сталях нормальный эвтектоид не образуется. Эвтектоидный феррит выделяется на доэвтектоидных ферритных зернах, а цементит — на границах зерен, образуя межзеренный цементит. Такая структура называется вырожденной.

В заэвтектоидных сталях цементит выделяется как избыточная фаза аналогично ферриту в доэвтектоидных сталях (рис. 8, *д*). При малой скорости

охлаждения цементит образуется на границах аустенитных зерен. При большой скорости охлаждения, высоком содержании углерода и крупном аустенитном зерне цементит выделяется в виде отдельных пластин (узких и длинных игл), образуя своеобразную видманштеттову структуру.

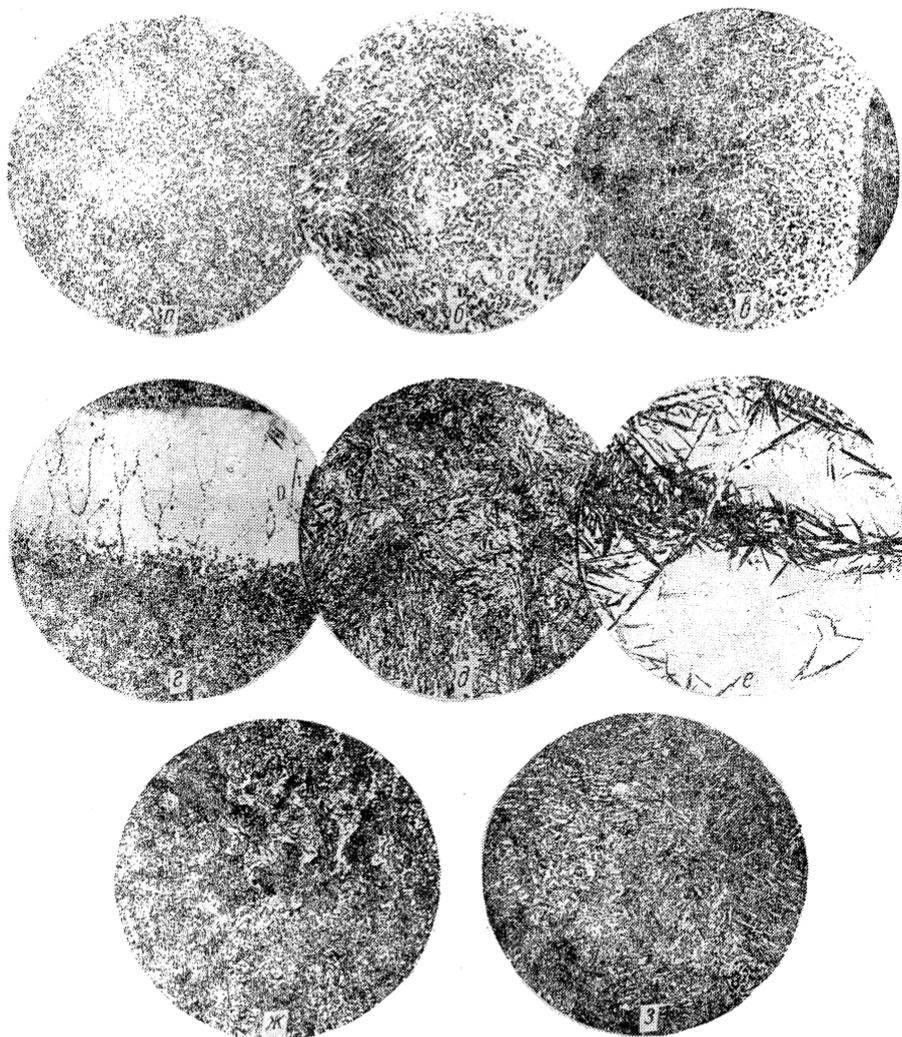


Рис. 9. Структура стали после термической обработки ( $\times 100$ ; уменьшено в 2 раза):

*a* — зернистый перлит; *b* — зернистый и пластинчатый перлит; *v* — частичное обезуглероживание; *d* — мартенсит; *e* — мартенсит и остаточный аустенит; *ж* — мартенсит и бейнит; *z* — сорбит.

В заэвтектоидных сталях перлитное превращение часто сопровождается увеличением скорости выделения цементита в еще непревращенном аустените. Это выделение обычно происходит путем образования параллельных пластин, которые служат препятствием для дальнейшего роста перлита.

В заэвтектонидных сталях также наблюдаются вырожденные структуры. Они характеризуются тем, что в процессе охлаждения аустенит не превращается в пластинчатый перлит после выделения заэвтектонидного цемента. Цементит, образующийся во время эвтектонидного распада, выделяется на заэвтектонидном цементите. Феррит растет независимо от цемента и образует области, обедненные карбидом. Такая структура обуславливает «пятнистую» твердость и может встречаться как в углеродистых, так и легированных сталях. С увеличением содержания углерода усиливается тенденция к образованию аномальной структуры. Легирующие элементы, замедляющие превращение аустенита, способствуют предотвращению образования аномальной структуры.

При содержании углерода свыше 2 % железоуглеродистый сплав переходит в область чугунов. Фазовый состав белого чугуна такой же, как и стали: феррит и цементит. Однако количество цемента в чугуне значительно больше и возрастает с содержанием углерода. По структуре белый чугун заметно отличается от стали наличием эвтектики (ледебурита). В заэвтектическом чугуне присутствует также первичный цементит (8, е). В серых чугунах при кристаллизации углерод выделяется не в виде карбида железа, а в виде графита, поэтому структура чугуна состоит из металлической матрицы с включениями графита. В зависимости от металлической матрицы различают ферритные, феррито-перлитные, перлитные чугуны. Графитные включения по их количеству, форме и степени изолированности оценивают на нетравленном шлифе, структуру металлической основы — после травления (8, ж). В микроструктуре чугунов присутствует также фосфидная эвтектика.

При определенном режиме отжига пластинчатый цементит в перлите сфероидизуется и получается зернистый перлит (рис. 9, а). Однако могут встречаться структуры, где сфероидизация прошла неполностью, что приводит к получению смеси пластинчатого и зернистого перлита (рис. 9, б). При нагреве под отжиг, нормализацию, закалку может произойти частичное или полное обезуглероживание, выявляемое при травлении микрошлифа в виде светлой полосы на поверхности (рис. 9, в, г).

Образующиеся при охлаждении структуры характеризуются пластинчатым строением. В зависимости от дисперсности структуры и температурной области ее образования различают перлит закалки, верхний и нижний бейнит, мартенсит (рис. 9, д). Часто мартенсит, имеющий вид белых игл, находится между участками остаточного аустенита (рис. 9, е). Последний травится сильнее, чем мартенсит, и имеет вид желто-белых областей на фоне светлых игл мартенсита. Если температура мартенситной точки высока или время охлаждения достаточно велико, происходит отпуск мартенсита и он на шлифе имеет вид темных игл. На микрошлифе можно иногда обнаружить одновременно мартенситные иглы разного цвета. При медленном охлаждении перед образованием мартенсита может произойти частичное превращение в бейнитной области. Кроме того, при умеренной закалке может произойти распад мартенсита с выделением дисперсных карбидов, окрашивающихся при травлении в темный цвет (рис. 9, ж).

При отпуске закаленной стали формируются зернистые структуры, которые в зависимости от дисперсности имеют различную степень травления. Высокодисперсные структуры после низкого отпуска плохо разрешаются в световом микроскопе и имеют вид темных областей. При более высоких температурах отпуска происходит коагуляция карбидов, и они хорошо видны даже при небольших увеличениях. Высокоотпущенная структура называется сорбитом. Частицы цемента относительно равномерно распределены в ферритной матрице, однако может сохраняться ориентация по цементиту (рис. 9, з).

В легированных сталях могут присутствовать специальные карбиды, отличающиеся формой и цветом.

Для структуры инструментальных сталей (рис. 10) характерно наличие карбидной сетки, карбидной ликвации и других дефектов, иногда не устранимых даже после проведения специальных режимов термической обработки. Легирующие элементы существенно влияют на диаграмму состояния, изменяя концентрационно-температурные условия формирования структур. Поэтому в инструментальных сталях возможно появление эвтектической составляющей.

В высоколегированных сталях основной структурой (рис. 11) может быть феррит (хромистый феррит), избыточной фазой являются карбиды. В случае

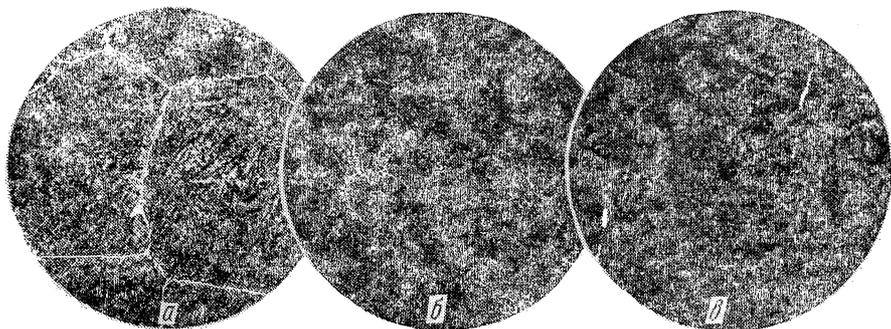


Рис. 10. Структура инструментальных сталей ( $\times 100$ ; уменьшено в 2 раза):

*a* — карбидная сетка; *б* — карбидная сетка после отжига; *в* — карбидная ликвация; *г* — ледебурит.

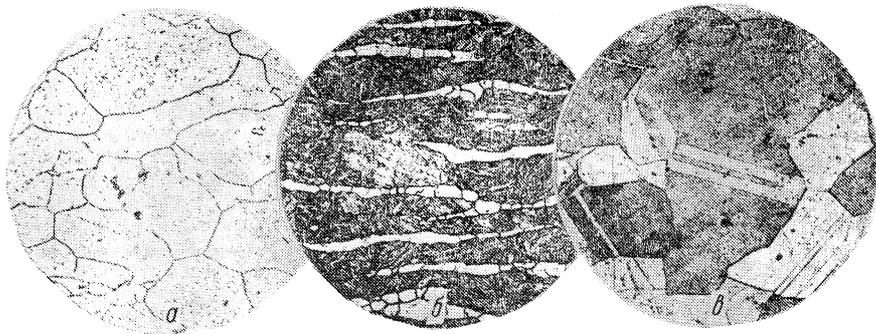
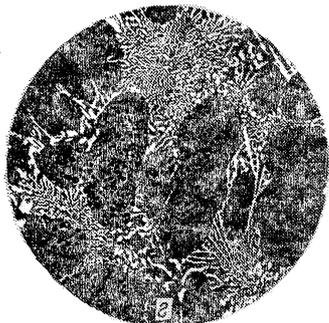
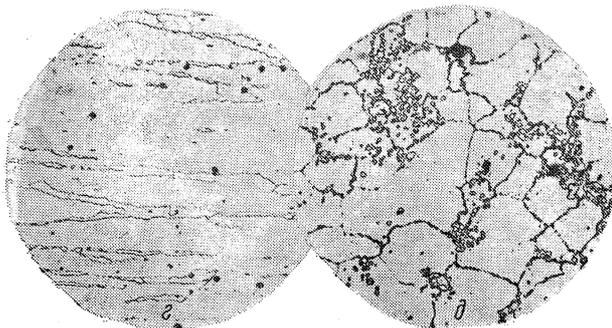


Рис. 11. Структура высоколегированных сталей ( $\times 100$ ; уменьшено в 2 раза):

*a* — феррит и карбиды; *б* — мартенсит и  $\alpha$ -фаза; *в* — аустенит; *г* — аустенит и  $\alpha$ -фаза; *д* — аустенит и карбиды.



образования мартенсита в структуре могут наблюдаться выделения  $\alpha$ -фазы. В хромоникелевых аустенитных сталях наряду с основной структурой в зависимости от характера легирования возможно выделение карбидов и  $\gamma$ -фазы.

## ЗЕРНО В СТАЛИ

При нагреве стали после достижения температуры нижней критической точки начинается образование аустенита, которое завершается при температуре верхней критической точки. Размер аустенитных зерен после окончания полиморфного превращения характеризуется величиной начального зерна. Дальнейший нагрев или выдержка приводит к росту аустенитных зерен.

В зависимости от химического состава, способа выплавки и условий раскисления стали характеризуются различной склонностью к росту зерна. Различают два типа сталей: наследственно мелкозернистую и наследственно крупнозернистую. Первая отличается малой скоростью роста аустенитного зерна при нагреве, вторая — повышенной. Медленный рост зерна при нагреве в области температур нагрева при термической обработке является следствием ряда факторов. Наиболее существенным можно считать барьерное действие тонкодисперсных частиц окислов и нитридов. Располагаясь преимущественно по границам зерен, они препятствуют их росту. При температуре выше температуры их растворения устранимая препятствия для роста зерна, и дальнейший нагрев вызывает усиленный рост зерна. В результате может оказаться, что зерно наследственно мелкозернистой стали будет крупнее, чем у наследственно крупнозернистой. Так как в структуре наследственно крупнозернистой стали нет частиц, сдерживающих рост зерна, он начинается сразу же после завершения полиморфного превращения. Таким образом, под наследственной зернистостью понимают способность зерна аустенита к росту при нагреве стали.

Размер зерна, полученный при конкретной термической обработке, называется действительным. Стали наследственно мелко- и крупнозернистые одной марки могут обладать одинаковым действительным зерном. В то же время стали одной марки и одинаковой наследственной зернистости могут иметь разное действительное зерно. Большинство физико-механических свойств обуславливается только действительным зерном.

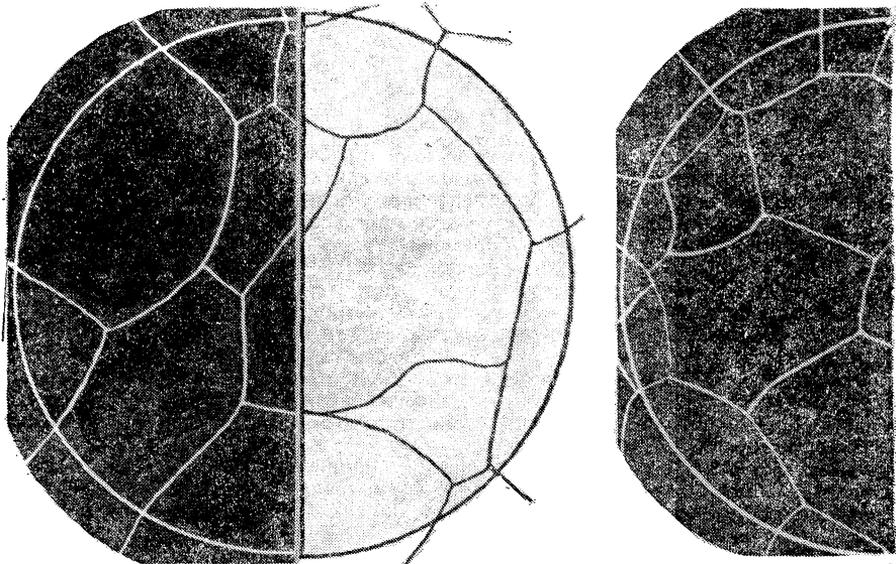
В металлографической практике широкое распространение получил метод визуальной оценки величины зерна. Он состоит в том, что рассматриваемая микроструктура оценивается по шкалам ГОСТ 5639—82 (рис. 12), в котором есть набор стандартных микрофотографий. Условный номер зерна характеризует размер зерна на число зерен, приходящихся на  $1 \text{ мм}^2$  поверхности шлифа. Первый номер соответствует 16 зернам на площади в  $1 \text{ мм}^2$ . В связи с тем, что в плоскости шлифа встречаются зерна не одного размера, площадь зерна колеблется в пределах  $40\,000$ — $80\,000 \text{ мкм}^2$ . При увеличении 100 на площади  $10 \text{ см}^2$  видно от 1 до 2,4 зерна. Уменьшение размера зерна на один номер по шкале соответствует уменьшению вдвое площади зерна или количества зерен на  $1 \text{ мм}^2$ . На рис. 13 представлена номограмма, связывающая средний диаметр зерна, число зерен, приходящихся на  $1 \text{ мм}^2$  шлифа, и номер зерна по ГОСТ 5639—82. Для сталей аустенитного, ферритного и других классов существуют специальные шкалы.

В связи с тем, что крупнозернистую структуру удобнее рассматривать при меньших, чем 100-кратное, увеличениях, а мелкозернистую — при больших, в табл. 14 приведены значения для перевода величины зерна к увеличению 100.

Шкалы широко применяются при массовых контрольных испытаниях или при единичных измерениях, не требующих достаточной точности. При этом используется устройство, разработанное в ДОННИИчермете. Оно представляет собой приставку к окуляру микроскопа, состоящую из специальной пластинки. На ней последовательно сфотографированы номера шкалы размеров зерен, причем фотографии занимают только половину площади зрения. Вторая половина прозрачная, и через пластинку видна структура. Наблюдая ее и передвигая пластинку, оценивают идентичность размеров зерен структуры и шкалы, т. е. устанавливают номер зерна. К недостатку стандартных шкал относится их ступенчатый характер. На практике также применяют непрерывную шкалу с плавно изменяющимся разме-

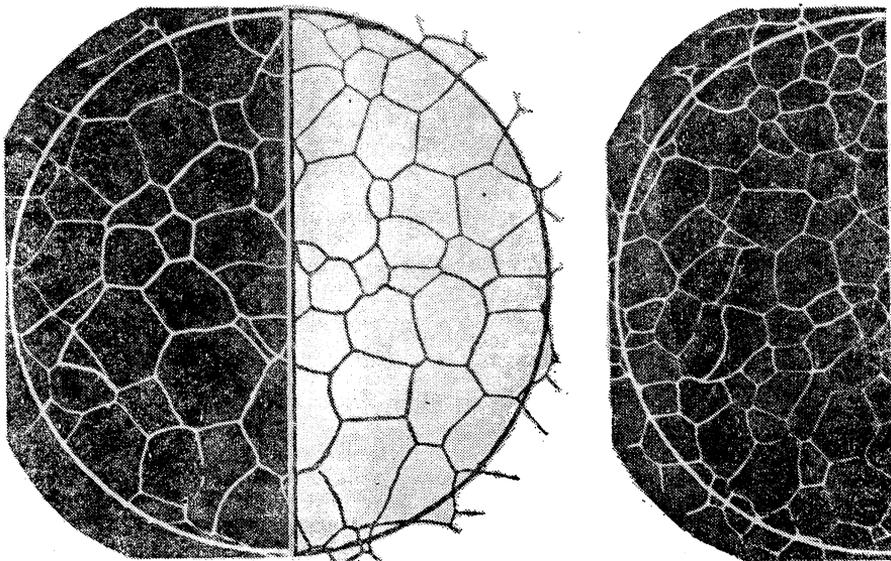
ром зерна (шкалы Панченко). Однако ею не совсем удобно пользоваться, так как в целом ряде случаев трудно проводить сопоставление со сравнительно узкой полоской такой шкалы, где зерна имеют примерно одинаковый размер.

Более точно размер зерна определяют либо непосредственным измерением диаметров и площадей зерен, либо методами математической статистики. Непосредственный замер диаметров зерен либо планиметрирование для определения площади зерна — операция трудоемкая, так как необходимо изучить все зерна



1

2

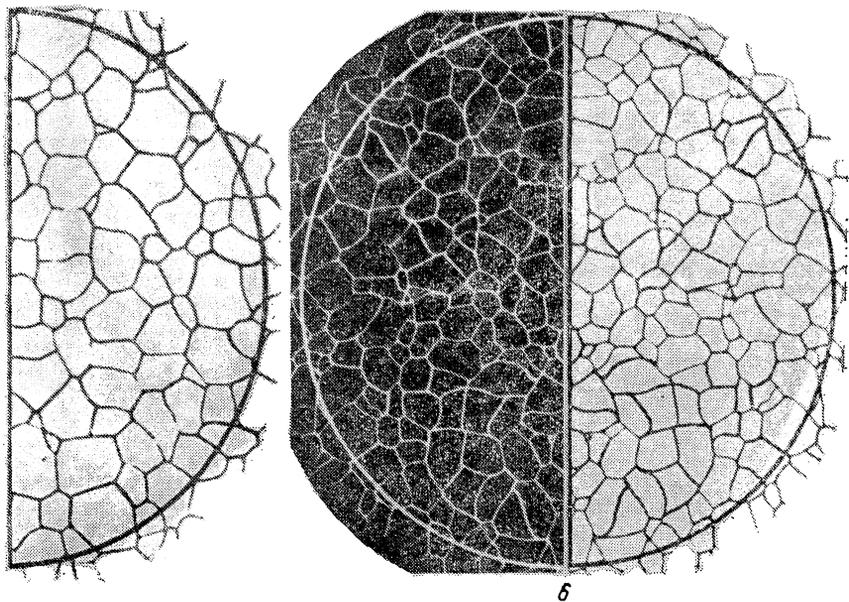
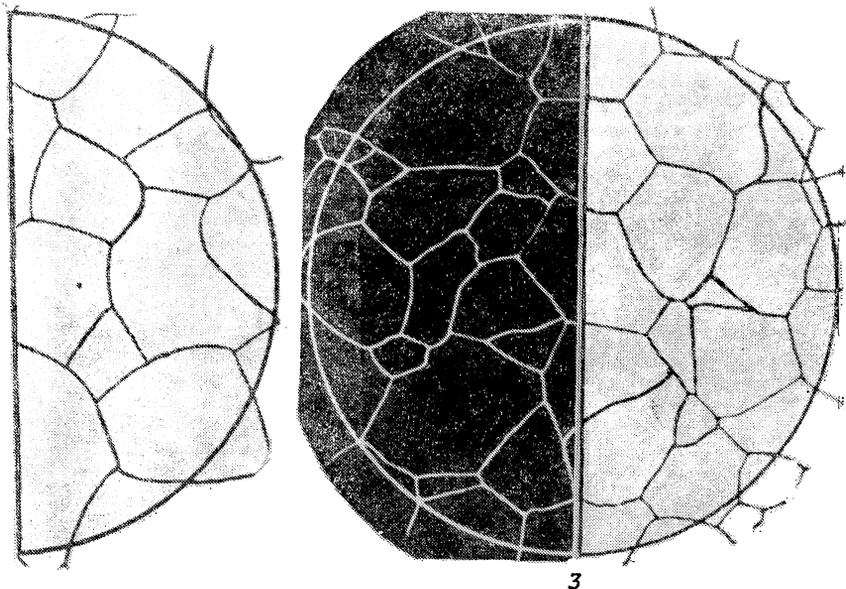


4

5

в поле зрения шлифа (или даже в нескольких полях зрения). Гораздо проще пользоваться методами стереометрической металлографии.

Существуют различные способы выявления бывшего аустенитного зерна. Большинство из них основано на химическом или электролитическом травлении. Реактив, выявляющий зерно, должен воздействовать только на его границу, не воздействуя на плоскость зерна [3; 30; 36; 55]. Большинство из них содержит пикриновую кислоту. Насыщенные растворы пикриновой кислоты при весьма



продолжительном травлении (20—30 ч) воздействуют на границы аустенитных зерен, если сталь находится в состоянии обратимой отпускной хрупкости. При подавлении последней применение этого реактива нецелесообразно. Этиловый спирт можно заменить этиловым эфиром с добавками поверхностно-активных веществ. Существенно облегчается травление при использовании насыщенных водных растворов пикриновой кислоты с добавками поверхностно-активных веществ. Выявление границ ускоряется при горячем травлении. Ниже приведены составы реактивов и способы травления для выявления границ аустенитных зерен

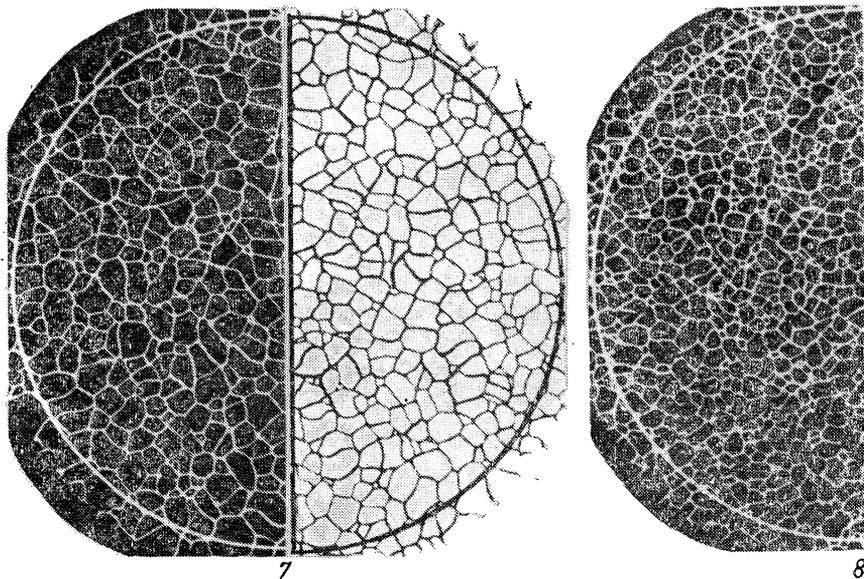
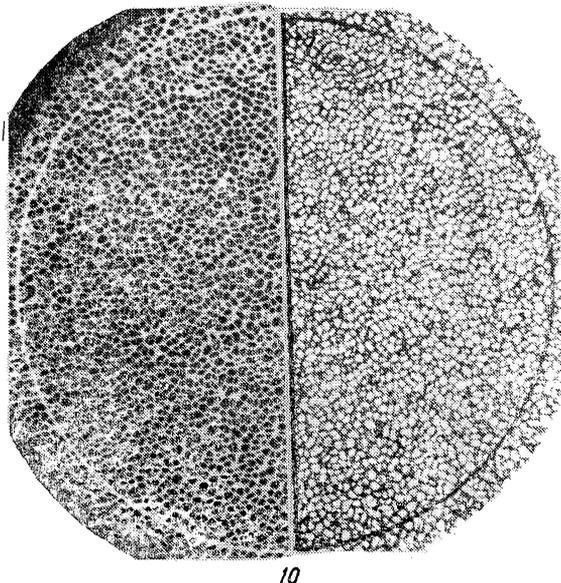


Рис. 12. Шкала размеров

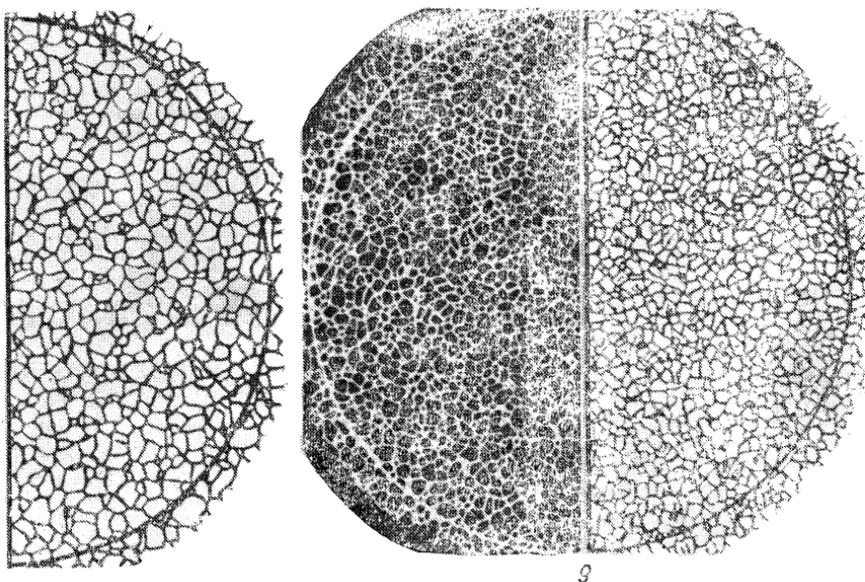


конструкционных углеродистых и легированных сталей. Реактивы, выявляющие границы зерен в сталях других классов и чугунах, приведены в работах [3; 30; 36; 55].

Химическое и электролитическое травление выявляет бывшее аустенитное зерно с большей или меньшей достоверностью. Картина может затушевываться в случае протравливания наряду с бывшим аустенитным зерном границ ферритных зерен, карбидных сеток, цепочек различных включений. Более точно аустенитное зерно можно выявить нагревом

до определенной температуры. Однако такие методы также имеют недостатки: выявляется не то зерно, которое было после предыдущей термической обработки, а вновь образовавшееся; температура повторной аустенитизации не обязательно совпадает с температурой предыдущей термической обработки; на размере зерна сказывается длительность повторной аустенитизации.

Одним из методов выявления аустенитного зерна является цементация образца при 930 °С в течение 8 ч. Этот метод предназначен для установления величины наследственного зерна. Можно также использовать диффузионное на-



зерна стали по ГОСТ 5639—82 (увеличение  $\times 100$ ).

сыщение границы зерна при погружении на 15 мин шлица в расплав 20%-ного сплава меди с оловом или свинцово-серебряного сплава (для очищения поверхности и аустенитизации шлиц предварительно нагревают 15 мин в расплавленной буре). Возможно травление шлица в расплавленном стекле при 930—1200 °С в течение от 2 мин до 8 ч. Границы зерен проявляются в результате интеркристаллитной коррозии.

В основных чертах метод окисления также примыкает к диффузионным методам, так как аустенитное зерно выявляется вследствие проникновения кислорода в пограничные слои.

Наиболее объективные данные получаются при нагреве шлица в вакууме, так как миграции границ зерен не препятствуют образующиеся диффузионные слои, оксиды и другие соединения. Недостатком метода вакуумного термического травления является нечеткое выявление границ зерна при низких температурах и небольших выдержках.

Заслуживает внимания метод, заключающийся в проведении отжига полированного шлица при определенной

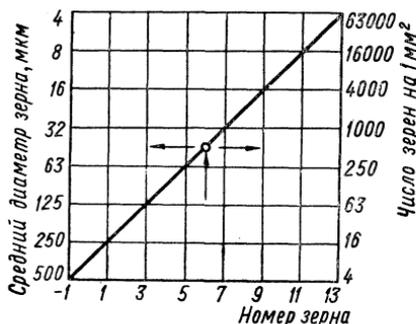


Рис. 13. Номограмма, связывающая средний размер зерна с количеством зерен на 1 мм<sup>2</sup> и номером зерна на шкале ГОСТ 5639—82.

#### 14. Перевод величины зерна к 100-кратному увеличению

Увеличение	Номер зерна при увеличении 100											
	-1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
50	1	2	3	4	5	6	7	8	—	—	—	—
200	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8
300	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7
400	—	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6

##### Состав реактива

1—4 г пикриновой кислоты, 2—3 мл соляной или азотной кислоты, 95—100 мл этилового спирта

5%-ный спиртовой раствор пикриновой кислоты с добавкой активных моющих средств  
20 г пикриновой кислоты, 200 мл эфира, 100 мл воды

10 г пикриновой кислоты, 100 мл кислоты, 10 мл этилового спирта

5—6%-ный водный раствор пикриновой кислоты с добавкой активных моющих средств

15 г хлорного железа, 3 мл соляной кислоты, 100 мл воды

1 г хлорного железа, 1,5 г соляной кислоты, 100 мл этилового спирта

50 г хлорного железа, 150 мл этилового спирта, 100 мл воды  
20%-ный водный раствор бисульфата натрия

100 мл насыщенного водного раствора перманганата калия, 10 г едкого кали

##### Специфика травления

Для закаленных углеродистых и легированных сталей. Длительность травления — до 15 с. Увеличение четкости достигается многократным слабым травлением и переполнкой, а также кратковременным низким отпуском

Для закаленных или улучшенных сталей. Четкость достигается многократным травлением и легкой переполнкой

В смесь воды с эфиром добавляют пикриновую кислоту и выдерживают 1 сут в закрытой банке. Шлиф травят 5 мин, затем обрабатывают в 5%-ном растворе целлюлозы в ацетоне. Образующаяся корочка удаляется через 15 мин

Шлиф погружают вниз изучаемой поверхностью на 10—60 мин, затем слегка полируют

Шлиф травят при температуре 50—60 °С в течение 1—4 мин. Увеличение четкости достигается многократным травлением с легкой переполнкой. Рыхлая слои окислов непрерывно удаляется мокрым тампоном Шлиф протирают тампоном в течение 40—60 с. Кроме аустенитных зерен выявляет линии сдвига, карбиды, ликвацию

Для структуры в улучшенном состоянии. Шлиф лучше просматривать в темном поле

Длительность травления — несколько секунд

Травление 10—25 с выявляет границы аустенитных зерен, а также двойники, карбиды, ликвацию, границы феррита

Травление при 60—70 °С в течение 1 мин. Просмотр шлифа ведется в темном поле. Границы зерен выявляются в виде упорядоченной окантовки светящихся выделений фосфидов и карбидов

температуре и определенной длительности (например, при 350 °С в течение 1 ч) с последующим травлением в реактиве состава, мл: соляной кислоты 10, азотной кислоты 3, метилового спирта 80. Полученный размер зерна совпадает с размерами, выявленными вакуумным термическим травлением, а зерно, полученное методом окисления, может оказаться крупнее зерна, полученного методом цементации (при одинаковых температурно-временных условиях).

Размер аустенитного зерна можно рассчитать, исходя из химического состава стали. В работе [11] приведена интерполяционная модель, связывающая натуральный логарифм размера зерна с легирующими элементами:

$$\ln F = [-1,3 - 2,9Si - 2,0Cr - 3,0Mo - 12V + 22Al + 30Ti - 500B - 50Ce - 1,6Cu + 1,1Mn \cdot Cr \cdot Mo] + [7,4 + 0,82Mn + 1,6Si + 3,3Cr + 4,4Mo + 0,41Ni + 20V - 60Ti - 43Al + 1,6Nb + 0,85W + 0,95Cu + 560B + 70Ce - (0,27Cr + 0,75Mo)Mn - (0,67Mo + 0,05Ni + 0,5V + 1,8Ti + 1,5Al + 0,6Nb - 2,0Ce)Cr]T \cdot 10^3 + [-0,45Mn + 0,3Si - 0,9Cr - 1,3Mo - 0,26Ni - 7,9V + 25Ti + 20Al - 1,4Nb - 0,8W - 25Ce] \cdot T^2 \cdot 10^{-6}$$

## ОБЕЗУГЛЕРОЖЕННЫЙ СЛОЙ

Глубина обезуглероженного слоя зависит от состава стали и газовой среды, а также от температуры нагрева.

В соответствии с ГОСТ 1763—68 глубину обезуглероженного слоя определяют методами: металлографическими (М, М1, М2), замера термоэлектродвижущей силы (термоЭДС), замера твердости, химическим (Х).

Сущность металлографических методов заключается в определении глубины обезуглероженного слоя по микроструктуре. Металлографический метод М применяют при определении глубины обезуглероженного слоя конструкционных — углеродистых и легированных сталей с содержанием углерода не менее 0,3 %, для инструментальных — углеродистых и легированных, а также для рессорно-пружинных и подшипниковых, метод М1 (метод карбидной сетки) — для заэвтектидной стали и метод М2 (метод Садовского) — для быстрорежущей.

Различают зоны полного и частичного обезуглероживания. Зона полного обезуглероживания характеризуется структурой чистого феррита. Зона частичного обезуглероживания имеет структуру, отличную от структуры основного металла. Общая глубина обезуглероживания измеряется от края шлифа до основной структуры металла. Если зона полного обезуглероживания отсутствует, то измеряют зону частичного обезуглероживания металла от края шлифа до основной структуры металла.

Общую глубину обезуглероженного слоя (мм) определяют в месте наибольшего развития под микроскопом при увеличении 63—150 с точностью до  $\pm 0,02$  мм. Допускается увеличение 200—500. Глубину обезуглероживания  $x$  можно определить по формуле, %

$$x = 100 a/b,$$

где  $a$  — глубина обезуглероженного слоя при одностороннем измерении, мм;  $b$  — толщина проката или полуфабриката, мм.

Шлиф изучается по периметру, соответствующему поверхности проката. На образцах, вырезанных из полосы и ленты, исследуют широкую сторону на расстоянии не менее 2 мм от кромки. Из прутков (методы М1 и М2) вырезают образцы длиной 5—12 мм. Если диаметр прутка меньше 25 мм, то на образце шлифуют площадку до полного удаления обезуглероженного слоя.

При определении глубины обезуглероженного слоя методом М образцы исследуют в состоянии поставки. При исследовании методом М1 образцы подвергают специальной термообработке и окрашивающему травлению. Образцы нагревают до 950 °С в ваннах с различными расплавами, чтобы исключить обезуглероживание, например, в расплаве поваренной соли с добавлением 0,5—2,0 % активированного угля. Выдерживают их 5—7 мин и охлаждают со скоростью 15—30 °С в 1 мин до температуры на 30—50° ниже  $A_{r1}$ , затем охлаждают на воздухе.

При использовании метода М2 образцы предварительно нагревают до 820—840 °С, затем переносят в хорошо раскисленную хлорбариевую ванну и выдерживают в ней 1—3 мин. В зависимости от марки стали температура ванны 1210—1290 °С. Образцы охлаждают сначала в масляной или соляной ванне в течение 10 мин. Температура этой ванны также зависит от марки стали и находится в пределах 160—220 °С. После этого образцы переносят в другую соляную или свинцовую ванну с температурой 580—560 °С, выдерживают 10 мин и охлаждают на воздухе.

По методам М и М2 шлифы травят в 2—4%-ном растворе азотной или пикриновой кислоты в этиловом спирте (можно и в других реактивах) до четкого выявления структурных составляющих. Если шлиф травят в 4%-ном растворе азотной кислоты в метиловом спирте, то после промывки его необходимо просушить теплым воздухом. По методу М1 шлифы травят в течение 5—30 мин в кипящем реактиве, окрашивающем карбидную сетку. Для метода М1 зона частичного обезуглероживания имеет ферритно-перлитную структуру без окрашенной в темный цвет карбидной сетки; для метода М2 — темно-травящуюся трооститную или игольчатую троосто-мартенситную структуру.

## МЕЖКРИСТАЛЛИТНАЯ КОРРОЗИЯ

Одним из серьезных недостатков нержавеющей ферритных, аустенито-мартенситных, аустенито-ферритных и аустенитных хромоникелевых сталей и сплавов является склонность их к межкристаллитной коррозии [61]. Она представляет наибольшую опасность для химической аппаратуры, так как при действии коррозионной среды разрушение металла происходит преимущественно по границам зерен, и при благоприятных условиях может идти с очень большой скоростью. Скорость коррозии зависит от химического состава стали, структурного состояния и агрессивности коррозионной среды [72].

Межкристаллитная коррозия у хромистых и хромоникелевых сталей проявляется в горячих растворах азотной кислоты, ее смесях с серной кислотой, в сернистокислых растворах в присутствии меди и железа, в смеси плавиковой и азотной кислот, в органических кислотах, в атмосферных условиях и многих других средах. Очень часто межкристаллитное разрушение возникает в сварных соединениях на некотором расстоянии от наплавленного металла там, где основной металл подвергался сравнительно длительному разогреву при 400—800 °С.

Методы испытания на межкристаллитную коррозию приведены в ГОСТ 6032—75. Стали и сплавы в зависимости от их химического состава и назначения испытывают по следующим методам: АМ, АМУ — в водном растворе меди сернистой и серной кислоты с добавлением медной стружки; В — в водном растворе меди сернистой и серной кислот с добавлением цинковой пыли; ВУ — в водном растворе железа сернистого окисного и серной кислоты; ДУ — в водном растворе азотной кислоты; Б — анодным травлением в водном растворе серной кислоты. В стандарте приведены варианты термической обработки образцов сталей различных классов перед испытанием на межкристаллитную коррозию. Как правило, это дополнительный провоцирующий нагрев, который может вызвать склонность стали или сплава к межкристаллитной коррозии.

Из заготовок сталей аустенитного класса вырезают по два образца, а из стали ферритного, аустенито-ферритного и аустенито-мартенситного класса — по четыре, из которых два — контрольных. Контрольные образцы изгибают на 90° и в растворе не испытывают.

После термообработки или сварки поверхность образцов очищается химическим травлением. Для сталей аустенитного и аустенито-ферритного классов его проводят в растворе, содержащем 475 г/дм<sup>3</sup> азотной кислоты и 75 г/дм<sup>3</sup> фтористого аммония при температуре 20 ± 5 °С до удаления окалина.

Межкристаллитная коррозия по методу АМ для большинства коррозионно-стойких сталей исследуется в растворе, содержащем 160 г сернистой меди, 100 мл серной кислоты плотностью 1,835 г/см<sup>3</sup> и 1000 мл воды, в присутствии медной стружки, причем при приготовлении раствора следует растворить необходимое количество сернистой меди в воде, а затем небольшими порциями добавить серную кислоту. Испытания проводят в колбе с обратным холодильником или в банке из хромоникелевой стали, стабилизированной титаном или ниобием, с крышкой, снабженной холодильниками. На дно реакционного сосуда насыпают слой медной стружки, поверх которой загружают образцы. Реакционный сосуд заполняют раствором примерно на 20 мм выше поверхности образца или слоя стружки. Раствор с образцами кипятится непрерывно в течение 15—24 ч в зависимости от группы сталей. После испытания образцы промывают водой и просушивают. При осаждении на них слоя меди, не смываемого струей воды, ее удаляют промывкой в 20—30%-ном растворе азотной кислоты.

Для обнаружения межкристаллитной коррозии по окончании испытаний образцы должны быть загнуты на 90°. При испытании образцов, толщина которых не превышает 5 мм, рекомендуется проверять обе поверхности. Для этого изгибом образцу придают Z-образную форму. Осматривают такие образцы с помощью лупы с увеличением 8—12. Наличие трещин на поверхности изогнутых образцов свидетельствует о склонности к межкристаллитной коррозии. В этом случае испытание повторяется на двойном количестве образцов. При получении даже на одном из них трещин при изгибе металл считается не выдержавшим испытание на межкристаллитную коррозию.

В тех случаях, когда невозможен изгиб образца, склонность к межкристаллитной коррозии допускается оценивать металлографическим способом. Для

этого из образца, прошедшего коррозионные испытания, вырезают шлиф, причем плоскость разреза должна быть плоскостью шлифа. Наличие и глубина межкристаллитной коррозии устанавливаются на протравленных шлифах при увеличении 400. Травление проводится лишь до слабого выявления границ зерен. Режимы травления шлифов и реактивов для выявления межкристаллитной коррозии приведены в ГОСТ 6032—75. Шлиф просматривается с двух сторон (по ширине коррозионного образца); в сварных образцах — со стороны контрольной поверхности. Среднюю глубину разрушения определяют по максимальным значениям, выявленным в 6 полях зрения, в которые включаются участки с наибольшей глубиной межкристаллитной коррозии. Свидетельством склонности к межкристаллитной коррозии является разрушение границ зерен на глубину более 30 мкм.

Испытание на межкристаллитную коррозию по методу АМУ проводится аналогично ускоренному методу АМ в течение 8 ч при температуре кипения.

Межкристаллитная коррозия по методу В для стали 03Х21Н21М4ГБ и сплавов 06ХН28МДТ и 03ХН28МДТ определяется в растворе, содержащем 110 г сернокислой меди, 55 мл серной кислоты плотностью 1,835 г/см<sup>3</sup>, 1000 мл воды и 5 г цинковой пыли, в стеклянных колбах или бачках из сплавов на железо-никелевой основе или высоконикелевых сплавов, снабженных обратными холодильниками. На дно реакционного сосуда укладывают стеклянные трубки или фарфоровые лодочки, поверх которых загружают образцы. Затем сосуд заполняют раствором на 20 мм выше поверхности образцов и добавляют необходимое количество цинковой пыли. Когда бурная реакция выделения водорода закончится, реакционный сосуд соединяют с холодильником. Продолжительность испытаний — 144 ч при температуре кипения. Межкристаллитная коррозия обнаруживается аналогично методу АМ и АМУ.

Межкристаллитная коррозия по методу ВУ изучается у тех же сталей, что и по методу В в водном растворе железа сернокислого окисного и серной кислоты. Требования к реакционному сосуду и к укладке образцов для испытаний те же, что и для метода В. В сосуд с образцами засыпается необходимое количество заранее растертого в фарфоровой ступке железа сернокислого окисного из расчета 40 г на 1000 мл серной кислоты, заливается холодная серная кислота, раствор которой состоит из 389 мл кислоты плотностью 1,835 г/см<sup>3</sup> и 611 мл воды. Количество раствора на 1 см<sup>2</sup> поверхности образца должно быть не менее 5 мл. Межкристаллитная коррозия обнаруживается так же, как и по методу АМ.

Межкристаллитная коррозия по методу ДУ контролируется у сталей 03Х16Н15М3, 03Х17Н14М2, 03Х18Н11, 03Х18Н12 в растворе 65%-ной азотной кислоты. После приготовления раствор выдерживается не менее 24 ч. Образцы обезжириваются, промываются, просушиваются и взвешиваются на аналитических весах с погрешностью не более 0,1 мг. Кроме того, образцы измеряют не менее чем в трех точках по длине, ширине и диаметру с погрешностью не более 0,05 мм. Образцы заливаются раствором кислоты из расчета не менее 9 мл на 1 см<sup>2</sup> поверхности образца. Колбы с образцами и раствором устанавливаются на нагревательные устройства в вытяжном шкафу, обеспечивающие равномерный нагрев колб. После 48 ч кипячения образцы извлекаются из колб, промываются, просушиваются, взвешиваются и, после смены раствора, загружаются вновь. Продолжительность испытания составляет 5 циклов по 48 ч каждый. При скорости коррозии образцов менее 0,3 мм/год после третьего цикла испытания заканчиваются. Для обнаружения межкристаллитной коррозии определяют скорость коррозии образцов на каждый 48-часовой цикл испытаний. Образцы считаются не выдержавшими испытания, если скорость коррозии стали, сварного соединения или металла шва после любого цикла превышает 0,5 мм/год.

Методом Б контролируется наличие межкристаллитной коррозии изделий и деталей, изготовленных методами сварки, горячей штамповки и гибки из сталей 12Х18Н9, 08Х18Н10, 08Х18Н10Т, 06Х10Н11, 12Х18Н9Т, 04Х18Н10, 12Х18Н10Т, 03Х18Н11, 08Х18Н12Т, 12Х18Н12Т. Металл сварного шва не подлежит контролю этим методом. Анодным травлением контролируются участки шлифованной поверхности детали в водном растворе серной кислоты при плотности тока 0,65 А/см<sup>2</sup>. Шлифованные контрольные участки обезжиривают и протирают спиртом. В свинцовый сосуд (катод) наливают 3—5 мл электролита, состоящего из 60%-ной серной кислоты и технического 0,5%-ного уротропина. Продолжитель-

ность испытания после включения тока — 5 мин. При повышенной травимости продолжительность испытаний сокращается до 1—2 мин. Склонность стали к межкристаллитной коррозии оценивается при просмотре пятна, получаемого на поверхности образца после анодного травления, под микроскопом при увеличении не менее чем 30. При контроле готовых изделий, когда возможность применения микроскопа исключена, допускается использование лупы при увеличении не менее чем 20. Свидетельством склонности к межкристаллитной коррозии является наличие непрерывной сетки в местах анодного травления. В случае отсутствия непрерывной сетки полосчатость в местах анодного травления не является браковочным признаком.

В случае сильного растравливания, связанного с пониженной общей коррозионной стойкостью или с очень высокой склонностью стали к межкристаллитной коррозии, повторные испытания на контрольных образцах проводятся по методу АМ и АМУ.

Кроме указанных методов оценки склонности стали к межкристаллитной коррозии, могут быть использованы и физические методы контроля: ультразвуковой, метод вихревых токов и цветной (ГОСТ 6032—75).

## КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ СТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

Существуют три способа оценки микроструктуры: качественно-описательная, полуколичественная (балльная оценка по сравнению со структурами стандартных шкал) и строго количественная с применением основных понятий математической статистики. Наиболее рациональной и эффективной является строго количественная, объективная оценка микроструктуры геометрическими параметрами ее двухмерного (плоскостного) или трехмерного (пространственного) строения. Только количественные данные о геометрических параметрах микроструктуры позволяют воспользоваться эффективным математическим аппаратом и вычислительной техникой для получения достоверных зависимостей между свойствами и структурой, между структурой, составом и обработкой сплава. Эти зависимости получают в виде графиков или математических формул, которые дают возможность выбрать оптимальный состав, наилучшую технологию получения и обработки сплава, обеспечивающие создание нужной структуры и, следовательно, требуемых свойств.

Металлы и сплавы непрозрачны, и поэтому их пространственная структура невидима, ее геометрические параметры недоступны непосредственному измерению. Источником информации о параметрах пространственного строения металла служат обычно параметры двумерной структуры, измеряемые на плоскости шлифа и количественно взаимосвязанные с пространственными параметрами. Установленные этих связей — одна из основных задач стереометрической металлографии [59].

Так как микроскопическое строение металлов и сплавов не имеет правильной геометрической формы, каждый из ее геометрических параметров изменяется в более или менее широких пределах. Именно поэтому в стереометрической металлографии широко используются статистические характеристики геометрических параметров структуры — среднее значение параметра, его дисперсия, среднее квадратичное отклонение и коэффициент вариации.

Для обозначения различных образований в структуре металлов и сплавов преимущественно пользуются термином микрочастица, а также — зерно, кристаллит, включение, выделение. Кроме микрочастиц, структура содержит точечные, линейные и плоскостные образования, которые изолированно существовать не могут: это точки стыка (вершины) микрочастиц, линии стыка (ребра) их и граничные поверхности. Эти образования называются элементами микроскопического строения. При пересечении микрочастиц плоскостью шлифа образуются их сечения, а при пересечении элементов микростроения — их следы в виде точек или линий.

Основными параметрами двумерной и одномерной структур являются статистические показатели, характеризующие площади или линейные размеры сечений микрочастиц, средние числа плоскостных, линейных и точечных элементов структуры на единице площади шлифа, среднее число точек пересечений секущей линии с линейными элементами двумерной структуры на единице длины секущей и др.

Для определения этих параметров в стереометрической металлографии применяются планиметрический, линейный, точечный методы, метод случайных секущих и др.

Планиметрический и линейный методы определения структурного объемного состава основываются на принципе Кавальери, в котором измерение площадей плоских фигур заменено измерением отрезков, их пересекаемых. Применительно к количественному микроскопическому анализу принцип Кавальери был обобщен Акером в следующей форме: если несколько групп контуров на плоскости, расположенных между параллельными прямыми, имеют пересечения (отрезки), длины которых находятся в постоянном отношении на любой линии, параллельной двум данным, то площади этих групп контуров находятся в том же отношении. Аналогично, если несколько групп тел, расположенных между двумя параллельными плоскостями, имеют сечения, площади которых находятся в постоянном отношении на любой плоскости, параллельной двум данным, то объемы этих групп тел находятся в том же отношении [13].

**Планиметрический метод.** В общем случае он сводится к измерению суммарной площади сечений микрочастиц данной структурной составляющей (или фазы) на определенной площади металлографического шлифа. В настоящее время существуют различные варианты планиметрического метода, используемые в металлографической практике. Так, клеточный или сеточный метод заключается в том, что площади сечений микрочастиц фаз определяют наложением на структуру квадратной сетки. Площадь каждого сечения оценивают числом полных и неполных квадратов сетки, которые размещаются в пределах контура данного сечения. Измерения можно выполнять непосредственно под микроскопом при помощи квадратно-сетчатого окуляра, на микрофотографии накладыванием на нее прозрачной сетки или проектированием структуры на экран с нанесенной квадратной сеткой. Во всех случаях необходимо, чтобы площадь измеряемого сечения микрочастицы (зерна) значительно превышала площадь одной ячейки сетки.

Клеточный метод трудоемок, однако результаты оценки структуры получаются достаточно надежными и точными.

При относительно правильной геометрической форме сечений микрочастиц (круглых сечений шарообразных микрочастиц или поперечных сечений частиц цилиндрической формы) индивидуально замеряют их линейные размеры с последующим расчетом площади. Диаметр или линейные размеры определяют непосредственно под микроскопом при помощи окуляра с линейкой или обычной миллиметровой линейкой на микрофотографии либо на зарисовке микроструктуры. Этот метод используется при установлении объемного содержания карбидов зернистой формы, сферических неметаллических включений, шаровидного графита высокопрочных чугунов и др.

При сложных формах и достаточно больших размерах микрочастиц их площадь можно определить взвешиванием вырезанных из микрофотографий соответствующих участков, группируемых по фазам. Объектом определения служит микрофотография или зарисовка структуры, выполненная, например, при помощи рисовального аппарата РА-4 либо на матовом стекле.

При всех вариантах планиметрического метода точность и достоверность определения зависит от количества измеренных сечений микрочастиц анализируемой составляющей. Абсолютная ошибка определения  $\epsilon$ , выраженная в долях объема сплава, рассчитывается по следующей формуле [59]:

$$\epsilon \leq \frac{t \Sigma V}{\sqrt{Z}} \sqrt{\left[ \frac{\sigma(F)}{\bar{F}} \right]^2 + 1}, \quad (1)$$

где  $t$  — нормированное отклонение;  $\Sigma V$  — доля объема сплава, занятая данной составляющей;  $\bar{F}$  — средняя площадь сечения микрочастиц;  $\sigma(F)$  — среднее квадратичное отклонение величины  $F$ ;  $Z$  — число измеренных сечений микрочастиц.

В формулу (1) входят величины, получаемые в процессе выполнения анализа, поэтому она служит для оценки погрешности уже выполненного микроанализа.

Планиметрический метод в металлографической практике достаточно эффективен при малом содержании анализируемой фазы в сплаве (порядка нескольких процентов), так как в этих случаях он надежнее точечного и линейного

методов (если исключить применение линейного метода с использованием принципа сканирования и телевизионной техники при микроанализе).

Недостатком всех видов планиметрического определения фазового состава является невозможность его механизации или автоматизации с помощью использования различных счетных приборов, что облегчило бы работу наблюдателя.

**Линейный метод** определения структурного состава сплава сводится к измерению и суммированию длин отрезков прямой линии, проходящей через данную структурную составляющую (или фазу), на определенной длине секущей прямой.

Он менее трудоемок по сравнению с планиметрическим, с его помощью возможна автоматизация процесса суммирования длин отрезков, приходящихся на каждую из фаз анализируемой структуры. Значение этого метода особенно возросло в связи с появлением методов автоматического микроанализа, использующих принцип сканирования структуры.

Сущность линейного метода заключается в том, что видимая в микроскоп или на микрофотографии структура, состоящая из любого количества фаз или структурных составляющих, пересекается прямой линией или рядом линий. Контуры сечений микрочастиц отдельных фаз на шлифе пересекут эти линии на отдельные отрезки. Если раздельно просуммировать длины отрезков, попадающих на каждую из фаз структуры, и разделить суммы на общую длину секущих линий, то полученные частные (согласно принципу Кавальери—Акера) будут соответствовать долям площади шлифа или объема сплава, которые занимают каждая

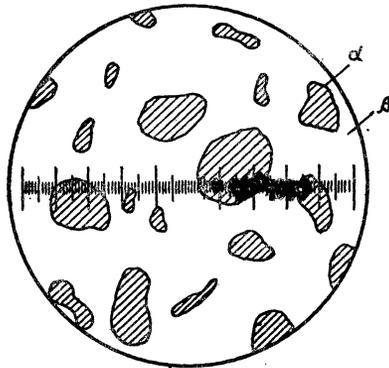


Рис. 14. Схема определения объемной доли  $\alpha$ -фазы в  $\beta$ -матричном растворе линейным методом на неподвижном шлифе.

из этих фаз. Точность метода тем выше, чем длиннее секущие линии, проведенные на шлифе или микрофотографии. Линии можно проводить произвольно, но необходимо, чтобы они охватывали всю анализируемую площадь и были равномерно по ней распределены.

Практически линейный метод может быть осуществлен с помощью двух вариантов, которые можно назвать методами неподвижного и подвижного шлифа. При работе по методу неподвижного шлифа используется обыкновенный окуляр-микрометр с линейкой, разделенной на 100 равных частей. Элементы структуры измеряются следующим образом (рис. 14). Суммарная длина отрезков осевой линии окуляр-микрометра, лежащих на структурной составляющей  $\alpha$  (защтрихована), при показанном положении линейки равна 42 делениям, т. е. объемная доля составляющей  $\alpha$  в сплаве равна 0,42, или 42 %. Повторяя измерение в достаточно большом числе полей зрения, равномерно распределенных на площади шлифа, можно получить результат требуемой точности и достоверности.

Если число составляющих больше двух, измеряют и суммируют длины отрезков осевой линии линейки для каждой составляющей в отдельности, получая в итоге доли объема каждой из них. При этом фазу с наибольшей объемной долей получают вычитанием суммы объемных долей остальных фаз из 100 %.

Длины отрезков линейки окуляра, попадающих на отдельные структурные составляющие, обычно оцениваются целыми числами делений линейки. Поскольку действительная длина этих отрезков не равна целым числам делений, погрешность будет тем больше, чем короче отрезки, т. е. чем дисперснее структура или чем меньше увеличение. Поэтому желательно пользоваться такими увеличениями, при которых длина одного отрезка в среднем равна как минимум пяти—десяти делениям линейки окуляра. Отрезки, длины которых меньше одного деления, объединяют в группы и оценивают целым числом делений.

Анализ с помощью метода подвижного шлифа состоит в непрерывном перемещении шлифа в одном направлении при одновременном наблюдении структуры в окуляр с крестом нитей. Суммируются длины пути шлифа при прохождении

через точку перекрестия окуляра каждой из структурных составляющих в отдельности. Обычно шлиф перемещается от одного края до другого, затем в противоположном направлении по линии, параллельной первой и отстоящей от нее на некотором расстоянии, и т. д.

Так как необходимо измерять длины путей шлифа при прохождении через перекрестие окуляра для каждой из структурных составляющих в отдельности, шлиф следует перемещать с помощью микрометрических винтов, каждый из которых самостоятельно и независимо от других передвигает шлиф в одном и том же направлении, а также регистрирует длину этого перемещения. Число таких винтов должно быть не меньше, чем число структурных составляющих, содержание которых в шлифе следует определить.

Поскольку предметный столик микроскопа имеет только один микрометрический винт для перемещения шлифа в данном направлении, следует использовать специальные интеграционные столики, позволяющие одновременно определять содержание шести структурных составляющих. Метод подвижного шлифа чаще применяется в геологии, петрографии и для биологических объектов, так как почти все интеграционные столики приспособлены к микроскопам проходящего света.

Точность линейного метода обусловлена числом измеренных в процессе анализа отрезков (хорд). Она зависит также от объемной доли структурной составляющей, ее дисперсности и характера структуры. Для вычисления абсолютной ошибки определения можно пользоваться полуэмпирической формулой [59]

$$\varepsilon = kt\sqrt{\Sigma V(1 - V\Sigma)/z'}, \quad (2)$$

где  $z'$  — число измеренных при анализе отрезков (хорд);  $k$  — коэффициент, зависящий от характера структуры.

В общем случае коэффициент  $k$  принимают равным единице. Если сечения микрочастиц анализируемой составляющей равносны и распределены равномерно, коэффициент  $k$  можно принять равным 0,65. При полосчатой структуре коэффициент  $k$  сильно изменяется в зависимости от направления секущих линий относительно оси ориентации структуры. В этом случае неблагоприятно расположение секущих линий параллельно оси ориентации, а благоприятно их расположение перпендикулярно к оси ориентации, при котором коэффициент  $k$  можно принять равным 0,4.

Возможны два случая определения погрешности: после выполненного анализа и в процессе его выполнения. В первом случае устанавливается абсолютная ошибка путем подставления результатов вычисления в формулу (2). Во втором случае обеспечиваются заданную точность анализа, зависящую от числа измеряемых отрезков  $z$ . Для этого на глаз устанавливаются, какая часть шлифа занята структурной составляющей, задают величины  $t$  и  $k$ , подставляют их значения в формулу (2). Если полученная величина сильно отличается от результатов анализа, расчет следует повторить, подставив в формулу (2) установленное значение  $\Sigma V$ .

Погрешность рассчитывается для каждой из структурных составляющих в отдельности, так как различно их содержание в сплаве. Абсолютная погрешность выражается в долях или процентах объема сплава, и поэтому ее допустимое значение должно быть существенно ниже содержания анализируемой составляющей в сплаве.

Линейный метод особенно эффективен при анализе структурных составляющих, имеющих полосчатое расположение. При определении структурного состава одновременно с суммированием длин отрезков подсчитывается их количество, необходимое для определения точности анализа. Количество отрезков, отнесенное к длине секущих линий, дает возможность определить еще один важный параметр пространственного строения сплава — величину удельной поверхности анализируемой структурной составляющей, характеризующую дисперсность фазы.

**Точечный метод** определения структурного объемного состава сплава был предложен А. А. Глаголевым применительно к горным породам [13]. Он основан на стереометрическом соотношении, согласно которому доля фазы в объеме сплава, на площади шлифа, на секущей линии и доля случайных точек, попавших на фазу, равны друг другу. Применительно к количественному микроанализу точечный метод сводится к скачкообразному передвижению шлифа в поле зрения микроскопа, причем в каждом новом положении шлифа отмечается, какая

именно из структурных составляющих находится в точке перекрестия окуляра. При точечном анализе можно располагать точки на шлифе, передвигая его каждый раз на одну и ту же величину при помощи салазок столика микроскопа. Закончив один ряд, переходят ко второму, параллельному, и т. д., однако такое соблюдение определенной геометрической закономерности расположения точек не обязательно, если соблюдается равномерность их распределения по всей площади шлифа.

Если число структурных составляющих больше двух, подсчитывают раздельно количество узловых точек, попавших на каждую из составляющих в отдельности. Полученные величины, отнесенные к их сумме, покажут объемную долю каждой из структурных составляющих в сплаве.

Преимуществом точечного метода является то, что его можно применять без специальных приборов и приспособлений, и весь анализ шлифа занимает не более 30—40 мин. Процесс подсчета точек механизмируют с помощью клавишных счетчиков. Иногда для этой цели используют интеграторы. Они состоят из приспособления, перемещающего столик микроскопа вместе с установленным на нем шлифом, и нескольких механических или электрических счетчиков, суммирующих число нажатий на кнопку или клавишу. Одновременно с нажатием столика микроскопа перемещается в новое положение. По такому принципу работает, например, электрический интегратор Eltinog-4 производства фирмы «Карл Цейсс Иена», позволяющий одновременно определять до восьми структурных составляющих в сплаве.

Точность точечного метода обусловлена общим числом использованных точек и зависит от объемной доли анализируемой структурной составляющей в сплаве, что выражается следующей формулой:

$$\varepsilon = t\sqrt{\Sigma V(1 - \Sigma V)/z}, \quad (3)$$

которая совпадает с формулой (2) для линейного метода, если коэффициент  $k$  принять равным 1.

При малом содержании анализируемой составляющей в сплаве для достижения приемлемой абсолютной ошибки необходимо подсчитать очень большое количество точек. Например, при содержании фазы в количестве 0,5 % по объему и величине абсолютной ошибки 0,025 % (что соответствует относительной ошибке 5 %) при вероятности 50 % необходимо подсчитать 36 214 точек. Практика показывает, что в одну минуту можно подсчитать 75—100 точек, следовательно, подсчет всех точек займет 6 ч.

В подобных случаях рекомендуется пользоваться методом полей [13]. По этому методу в одном поле зрения рассматривают не одну точку перекрестия окуляра, а сто и более узловых точек квадратной сетки окуляра. Перемещая шлиф в поле зрения микроскопа, при каждом новом его положении подсчитывают количество узловых точек сетки окуляра, попавших на анализируемую структурную составляющую. При этом подсчет существенно ускоряется.

Однако при подсчете по методу полей получается групповое скученное расположение точек и, следовательно, нарушается принцип равномерного распределения их по всей площади шлифа. Вследствие этого фактическая погрешность будет превышать расчетную в тем большей степени, чем неравномернее распределена анализируемая составляющая по полю шлифа.

Если содержание структурной составляющей менее 0,1 %, то количество необходимых для анализа точек возрастает настолько, что даже применение метода полей не позволяет получить практически приемлемую продолжительность микроанализа. В этом случае целесообразно воспользоваться планиметрическим методом анализа или, при возможности, методом автоматического сканирования структуры с использованием телевизионной техники.

**Метод случайных секущих** для измерения удельной протяженности линий на плоскости, разработанный С. А. Салтыковым [59], основан на том, что суммарная площадь поверхностей в единице объема (удельная поверхность,  $\text{мм}^2/\text{мм}^3$ ) равна удвоенному числу точек пересечений случайных секущих линий с этими поверхностями, отнесенному к единице длины секущих:

$$\Sigma S = 2m, \quad (4)$$

где  $m$  — среднее число точек пересечений,  $\text{мм}^{-1}$ .

Это соотношение действительно при выполнении следующего требования: секущие линии ориентированы в пространстве случайно, и любое направление их равновероятно, вследствие чего равновероятен любой угол встречи в пространстве секущей линии с элементарными площадками граничных поверхностей.

При анализе реальных структур по единственному шлифу это требование выполняется только в том случае, когда граничные поверхности не имеют никакой преимущественной направленности в пространстве, число пересечений секущей с поверхностями на единице ее длины статистически постоянно при любой ориентации секущей в пространстве. Отсюда следует, что число перемещений на единице длины секущей  $m$ , определенное на плоскости шлифа, будет представительным и для всей пространственно изометрической системы поверхностей в целом.

Анализируемая структура должна быть пространственно изометрична. Так, при анализе деформированного металла изометричность структуры следует проверить по продольному шлифу.

При анализе структуры с помощью метода случайных секущих возможны три варианта подсчета. По первому варианту структуру просматривают через окуляр-микрометр поле за полем, и в каждом поле зрения подсчитывают число пересечений диаметральной линейкой окуляра с линиями интересующей системы границ на шлифе. Поля зрения при этом необходимо располагать равномерно по полю шлифа и так, чтобы охватить всю его площадь. Определив затем при помощи объект-микрометра длину изображения линейки окуляра на плоскости шлифа  $\lambda$  и зная число просмотренных полей зрения  $z$ , находят суммарную длину секущих  $\lambda z$ . Среднее число пересечений на 1 мм секущих  $m$  определяют делением суммарного количества точек пересечений, подсчитанного во всех просмотренных полях зрения, на суммарную длину секущих  $\lambda z$ . Затем по формуле (4) находят удельную протяженность линий границ на шлифе.

По второму варианту структуру рассматривают в окуляр с крестом нитей. Непрерывно перемещая шлиф по прямой линии микрометрическим винтом салазок столика микроскопа, одновременно с помощью клавишного счетчика подсчитывают число прохождений интересующих линий границ через точку перекрестия окуляра. После просмотра по одной линии, от одного края шлифа до противоположного, отмечают длину пути, зафиксированную головкой микрометрического винта. Эту операцию повторяют по второй линии и т. д., так чтобы просмотром равномерно охватывалась вся площадь шлифа. Деление суммарного числа пересечений, подсчитанных в течение всего анализа, на суммарную длину перемещения шлифа дает число  $m$ , которое используется для нахождения удельной протяженности линий границ на шлифе.

По третьему варианту на матовое стекло микроскопа наносят прямую линию, окружность или спираль, и структуру определяют так же, как на микрофотографии или зарисовке.

Относительную погрешность определения удельной поверхности  $\Sigma S$ , выраженную в процентах, находят в зависимости от общего числа подсчитанных точек пересечений  $x$  по формуле

$$\epsilon = 100kt/\sqrt{x}. \quad (5)$$

Обычно принято оценивать точность анализа величиной вероятной ошибки, при расчете которой  $\epsilon = 0,6745$ .

Коэффициент  $k$  зависит от характера структуры (равномерности распределения граничных поверхностей в объеме образца и граничных линий на площади шлифа), формы секущей линии (прямая, окружность, спираль), равномерности распределения секущих линий по площади шлифа и др. Существенное влияние на величину  $k$  оказывает неравномерность распределения точек пересечений вдоль секущей линии, которая зависит от характера структуры.

Минимальное значение коэффициента  $k = 0,5$  принимается при анализе в единичном поле зрения при использовании круговой и спиральной секущей и при равномерном распределении линий границ в поле зрения. При анализе по всей площади шлифа коэффициент  $k$  можно принять равным единице с учетом влияния характера структуры. Так, при пересечении секущей линии с линиями границ в полидзрической однофазной структуре точки пересечений распреде-

ляются вдоль секущей довольно равномерно. При анализе двухфазных структур, в которых микрочастицы одной из фаз близки к двумерным (графит в сером чугуне, тонкая оболочка феррита или цемента вокруг перлитных зерен стали и т. п.), точки пересечений распределяются вдоль секущей неравномерно, группируясь парами. Аналогичная картина наблюдается и при пересечении секущей линии с границами микрочастиц дисперсной фазы. Вместе с неравномерностью распределения точек пересечений вдоль секущей линии возрастает и значение коэффициента  $k$  от 0,7 до 1,2.

В работе [59] приведены данные, рассчитанные по формуле (4) и позволяющие при определении удельной поверхности методом случайных секущих установить минимальное число точек пересечений, необходимое для получения заранее заданной относительной ошибки. При этих расчетах коэффициент  $k$  был принят равным единице.

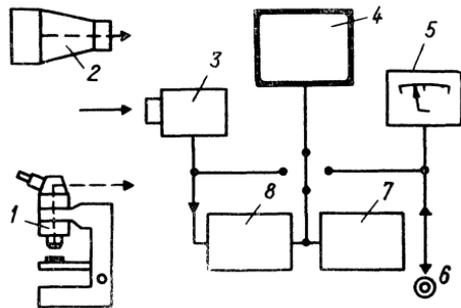


Рис. 15. Упрощенная схема телевизионного микроскопа «Квантимет»:

1 — оптический микроскоп; 2 — эпидиаскоп; 3 — телевизионная передающая камера; 4 — телевизор; 5 — измеритель; 6 — узел выдачи информации; 7 — счетно-решающее устройство; 8 — электронный детектор.

При определении точности подсчета секущие линии можно равномерно распределить по всей площади шлифа или нанести густую сеть этих линий в очень небольшом числе полей зрения. Точность измерения  $m$  во втором случае выше, так как секущие линии более плотно покрывают структуру. Однако число  $m$ , полученное в одном или нескольких полях зрения, будет характеризовать не структуру шлифа в целом, а только эти поля зрения. Поэтому следует предпочесть, как более точный и достоверный, результат, полученный при равномерном распределении секущих по шлифу.

Для определения структуры шлифа применяется количественный телевизионный микроскоп «Квантимет», работающий на принципе сканирования структуры пятном (рис. 15). «Квантимет-720» предназначен для полуавтоматического режима, «Квантимет-760» — для автоматического. Изображение проецируется на фотокатод передающей трубки либо непосредственно от микроскопа, либо от эпидиаскопа, если сканирование проводится по микрофотографии.

Оптический микроскоп снабжен объективами ахроматами  $\times 10$ ,  $\times 20$ ,  $\times 40$  и  $\times 100$  (с масляной иммерсией). Общее увеличение телевизионного микроскопа складывается из увеличения, даваемого объективом, и электронного увеличения. Автоматический предметный столик, помимо движения в двух взаимно перпендикулярных направлениях, может вращаться.

Микроскоп снабжен призмой, разделяющей поток света, отраженный от поверхности образца, и направляющей его в обычный бинокляр для непосредственного наблюдения структуры и одновременно в телевизионную камеру. Выходной сигнал из камеры воспроизводится на экране телевизора, чтобы облегчить фокусировку и выбор поля зрения для сканирования. Сканируемая и подлежащая измерению площадь структуры ясно очерчена на экране телевизора, отличается несколько более светлой окраской, чем окружающее поле. Одновременно выходной сигнал телевизионной камеры поступает в электронный детектор, который реагирует на изменение выходного напряжения, являющегося следствием прохождения сканирующего пятна через линии границ зерен, с фазы на фазу, через неметаллические включения, поры и другие элементы структуры. Дискриминатор может быть установлен таким образом, чтобы реагировать на более темные или более светлые участки структуры по сравнению с избранным порогом детектирования. Прибор может детектировать и разделять анализировать шесть различных фаз. Например, при исследовании загрязненности металла неметаллическими включениями могут быть определены следующие параметры, %: площадь, занятая включениями, что идентично объемному проценту включений; количество,

максимальный размер и распределение включений по размерам; форма включений в виде показателя отношения размеров вдоль и поперек направления деформации.

Наиболее быстрой операцией при работе на «Квантимете» является определение объемного процента и числа включений. Таких определений за 7 ч работы можно сделать более 600. При добавочном определении максимального размера включений количество определений снижается до 400. Наиболее трудоемкой операцией является полное выявление всех количественных характеристик с распределением включений по размерам.

Автоматические телевизионные микроскопы позволяют выполнять анализ структуры по всему полю шлифа, который перемещается по заранее заданной программе. Для этого требуется шлиф самого высокого качества. Анализатор изображений не может отличить, например, линии границы зерна от царапин на шлифе, и те и другие будут регистрироваться как линии границ зерен. Если шлиф не удовлетворяет указанным требованиям или желательна оценка по отдельным полям, оператор имеет возможность предварительно проверить каждое анализируемое поле на экране телевизора и включить регистрирующее устройство, только если качество изображения удовлетворительное. Неудовлетворительные по качеству изображения поля пропускают без регистрации. Производительность микроскопа при втором варианте значительно ниже, чем при автоматическом выполнении анализа по всему шлифу по заданной программе.

Для автоматизированного количественного анализа применяются также структурные анализаторы, работающие по принципу механической развертки объектов. Автоматический структурный анализатор «Эпиквант» работает по принципу линейного метода анализа. «Эпиквант» состоит из основного прибора, блока электроники и цифрпечатающего устройства для выдачи результатов измерений.

С помощью программно-управляемого сканирующего столика образец перемещается относительно объектива микроскопа. Образец освещается стабилизированным источником света с помощью ахроматически скорректированного иллюминатора отраженного света. На возникающей в плоскости изображений картине посредством измерительной диафрагмы вырезается малый элемент в середине наблюдаемого изображения. Световой поток, проходящий через измерительную диафрагму, является мерой отражательной способности соответствующего ей участка изображения. Находящийся за измерительной диафрагмой фотоэлектрический детектор соответствующей чувствительности преобразует световой поток в пропорциональное ему напряжение (аналоговый сигнал). Таким образом, световые потоки от различных структурных составляющих, встречаемых вдоль линии измерений, преобразуются в аналоговые сигналы различной величины. При этом величина сигнала является мерой отражательной способности наблюдаемого объекта, а длительность сигнала — мерой длины структурной составляющей.

Аналоговые сигналы, преобразованные в числа, обрабатываются затем ЭВМ в соответствии с заложенной в нее программой, в результате чего получают сведения о числе зерен и фазовых границ, длине отдельных секущих и их распределении по группам, а также объемной доле отдельных фаз.

На поверхности шлифов не должно быть царапин, дефектов, линий скольжения; поверхность должна быть ровной и малорељефной. Для того чтобы различить исследуемые фазы, необходимо, чтобы они имели различную отражательную способность (естественная окраска или полученная химическим и электрохимическим способами). При этом необходимо получение сильного контраста между светлой и темной фазами и одинаковой и гомогенной степени серого тона одной фазы по всей поверхности.

При условии получения высококачественных шлифов автоматические количественные микроанализаторы могут широко применяться для решения таких металлографических задач, как количественная оценка степени загрязненности стали неметаллическими включениями («Квантимет-360», «Квантимет-720»); определение величины и удельной протяженности границ зерен («Квантимет-720», «Эпиквант»); определение содержания различных микроструктурных составляющих в объеме сплава («Квантимет-720», «Эпиквант»).

## АНАЛИЗ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В СТАЛИ

Объективная оценка загрязненности стали неметаллическими включениями позволяет устанавливать количественные зависимости между свойствами стали и технологическими особенностями ее выплавки, разливки и кристаллизации. В стали встречаются два основных вида включений: эндогенные, формирующиеся в результате взаимодействия кислорода и серы, растворенных в стали, с раскислителями, десульфураторами или в результате снижения растворимости элементов при переходе металла из жидкого в твердое состояние, и экзогенные — частицы шлака, огнеупоров, материала литейной формы, зависящие от способов выплавки стали, особенностей ее раскисления и рафинирования.

В сталях присутствуют неметаллические включения различного состава и характера. По типу соединений включения делят на простые оксиды, сложные оксиды (шпинели), силикаты, сульфиды, фосфиды, нитриды.

Методы качественного и количественного определения неметаллических включений в стали, применяемые в настоящее время, можно разделить на четыре основные группы [74]: химический, петрографический, физические и металлографический.

### ХИМИЧЕСКИЙ МЕТОД

Он заключается в выделении включений из металла и их анализе. К этапу выделения включений предъявляются требования: полнота выделения, т. е. все включения должны быть извлечены из металла полностью и не быть разрушены или потеряны в процессе их выделения и обработки; неизменность химического состава включений, т. е. в процессе химического выделения не должно происходить взаимодействия между включениями и применяемыми для отделения реактивами, чтобы включения не могли перейти в соединения нового типа; чистота выделенных включений, т. е. включения не должны быть загрязнены в процессе выделения какими-либо посторонними веществами или продуктами вторичных реакций.

Наиболее распространенным способом выделения неметаллических включений из сталей и сплавов, удовлетворяющим этим требованиям, является электролитический. Его сущность заключается в анодном растворении в электролите анализируемого образца и осаждении в коллоидном мешочке выделившихся в виде осадка включений. Полученный осадок после обработки его соответствующими реактивами анализируют с целью получения качественного и количественного состава неметаллических включений.

При массовых определениях образец растворяют в медной ванне (рис. 16), объем которой должен быть рассчитан так, чтобы на каждый образец приходилось не менее 2 л раствора [74]. К медной ванне 1 на изоляционных подставках 2 на высоте около 155 мм прикреплена медная шина 3 размерами 4×35×50 мм, на которой на расстоянии 50 мм размещены медные клеммы 4 для закрепления образцов. Ванна и шина снабжены клеммами для включения в сеть. Корпус ванны служит катодом, а медная шина присоединена к аноду.

Образцы для выделения неметаллических включений обычно имеют круглое или прямоугольное (с закругленными краями) сечение диаметром 15—20 и длиной 120—150 мм. Они могут быть других размеров или формы, но для одного опыта одинаковыми. Для закрепления образца в зажимах у одного из его концов (около торца) высверливают отверстие размером около 2 мм или протачивают канавку; для полного контакта рекомендуется приваривать к образцу медную

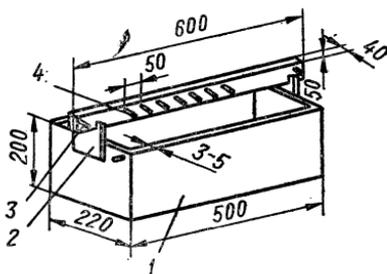


Рис. 16. Ванна для электролитического выделения неметаллических включений.

проволоку. Поверхность его должна быть обработана на станке. Во избежание загрязнения образцы не следует обрабатывать абразивами. Перед загрузкой в ванну образцы тщательно очищают от грязи и масла эфиром и спиртом, затем взвешивают.

Коллодиевые мешочки изготавливают следующим образом: в стеклянную пробирку с внутренним диаметром около 60 мм и длиной около 200 мм наливают 10—15 мм коллодия, непрерывно вращая пробирку в наклонном положении руками (для подогрева), заставляя коллодий равномерно растекаться по стенкам пробирки. Остаток коллодия сливают. Пробирку вращают до образования тонкой пленки коллодия на ее стенках. Пленку осторожно отрывают скальпелем от краев и стенок пробирки, затем помещают в холодную дистиллированную воду не менее чем на 3 ч.

Затем в ванну и в коллодиевые мешочки наливают электролит, в мешочки закладывают образцы так, чтобы концы их не касались дна и стенок мешочков, а уровень электролита не достигал прикрепленных к образцам медных проволочек.

Для выделения неметаллических включений из железа, чугуна и углеродистой и среднелегированной стали рекомендуется растворение металла в электролите состава: 3 % сернистого железа, 1 % поваренной соли, 7 частей воды. Впоследствии этот метод был усовершенствован прибавлением в электролит сегнетовой соли (0,5 %  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ) [31]. Свежеприготовленный электролит имеет рН = 4,0, а в конце электролиза (через 20—30 ч), который ведется при плотности тока 0,025 А/см<sup>2</sup> рН = 4,7. Так как закись марганца является малоустойчивым включением, то для его сохранения при выделении предложена установка с проточным электролитом.

По окончании электролиза в коллодиевом мешочке остается осадок, состоящий из карбидов, оксидов, сульфидов и других неметаллических составляющих стали. До анализа неметаллической фазы карбиды, количество и природа которых зависят от содержания в стали углерода и легирующих элементов, разрушаются. Наиболее распространенным методом разрушения карбидов является азотнокислоперманганатный, сущность которого состоит в обработке выделенного осадка перманганатом калия в присутствии 10%-ной азотной кислоты при нагревании и в восстановлении выделившейся двуокиси марганца пергидролом [31]. Иногда карбиды разрушаются с помощью персульфатного либо хлорного метода.

После того как карбиды почти разрушены, к раствору (для очистки осадка от кремниескислоты) прибавляют 15 мл 10%-ного раствора лимонной кислоты, осторожно нейтрализуют содой и нагревают при 80°C в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают в холодном состоянии, дважды промывают перегнанной 6—7 раз водой, отфильтрованный осадок сжигают вместе с фильтром, прокаливают до постоянной массы и взвешивают на микровесах. Полученный осадок — общее количество включений в растворенном металле. Химический состав осадка исследуется специальными микрохимическими методами [31].

Химический метод определения включений имеет существенные недостатки. Так, нет уверенности в том, что включения после выделения и дальнейшей обработки сохранились в их естественном виде, а также в полноте выделения всех включений. Точность метода мала из-за исключительно малого количества выделяемых включений. Этот метод не дает сведений о форме включений, их распределении, способности деформироваться, хотя эти сведения необходимы для металлургов. Процедура выделения и последующих анализов очень длительна и требует применения специальных установок. Для других методов исследования неметаллических включений предложены специальные методики обработки осадка, позволяющие отделить карбиды и разделить осадок на отдельные фазы [40; 49].

## ПЕТРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Он позволяет определить минералогические признаки и состав неметаллических включений, т. е. природу включений, а следовательно, их происхождение. Выделенный и обработанный осадок анализируют под поляризационным микроскопом (МИН-4, МИН-5, МИН-8 или AMPVIVAL фирмы «Карл Цейсс Йена»).

Петрографическим методом можно определить морфологические признаки различных видов включений: размер, форму, окраску, прозрачность, оптические константы — показатель преломления, двупреломление. Так, знания только показателя преломления иногда достаточно для определения минералогической характеристики включения [41].

Выделенный электрוליтически и очищенный от карбидов и других примесей промытый осадок взмучивают в стакане с небольшим количеством воды и вращательным движением собирают его в центре стакана. Часть осадка засасывают пипеткой и переносят на небольшое часовое стекло. Эту операцию повторяют, пока не соберут на стекле достаточное для петрографического анализа количество осадка.

При наличии в осадке оставшихся карбидов их удаляют магнитом или отмучиванием. Для этого магнитом проводят по нижней стороне стекла, отводят в сторону магнитные частицы и удаляют их пипеткой или иглой. Для удаления немагнитных карбидов к осадку, перенесенному на стекло, добавляют некоторое количество дистиллированной воды и снова отмучивают, причем эта операция повторяется до возможно более полного удаления карбидов и других загрязняющих осадок частиц, мешающих исследованию. Очищенный осадок высушивают. Из готового осадка-порошка изготавливают препараты. Для этого берут небольшое количество осадка, переносят на предметное стекло, сверху накладывают покровное стекло и между ними вводят каплю иммерсионной жидкости.

Приготовленный препарат служит в качестве прозрачного шлифа для изучения включений в проходящем поляризованном свете.

Для установления природы включений важно знать форму зерен. Она бывает правильной (идиоморфной), в виде кристаллов, округлой (глобулярной) и неправильной (обломочной). Идиоморфными кристаллами являются только эндогенные включения. Округлая форма также свидетельствует об эндогенном происхождении. Обломочная форма чаще бывает у экзогенных включений, а также у эндогенных стекол, представляющих собой переохлажденный силикатный расплав.

Кроме формы, описывается и окраска включений. Некоторые окрашенные зерна при вращении столика микроскопа на  $360^\circ$  изменяют свой цвет. Это оптическое явление называется плеохроизмом и наблюдается у анизотропных веществ. Например, зерна кристаллов кубической сингонии (шпинели) и вещества аморфные (различные стекла) являются изотропными — свойства их с изменением направления не изменяются; в поляризованном свете при скрещенных николях они остаются темными при вращении столика микроскопа. Некоторые включения кубической сингонии так же, как и аморфные вещества, имеют вид зерен неправильной формы, и чтобы отличить их друг от друга, используют величину показателя преломления.

Показатель преломления определяют иммерсионным методом. Исследуемое вещество погружают в иммерсионную жидкость с заведомо известным показателем преломления и относительно показателя преломления жидкости определяют показатель преломления исследуемого вещества. Если показатели преломления исследуемого минерала и жидкости равны, бесцветный минерал «исчезает» в жидкости; если различны, то на границе этих двух сред появляется тонкая светлая полоска (полоска Бекке). При передвижении тубуса микроскопа светлая полоска перемещается. Если показатель преломления минерала больше показателя преломления иммерсионной жидкости, то при поднимании тубуса микроскопа полоска Бекке перемещается «на минерал», а при опускании — «на жидкость».

Если иметь набор жидкостей с различными известными показателями преломления и последовательно погружать в них осколки исследуемых кристаллов или включения, то всегда можно подобрать две жидкости, у одной из которых показатель преломления будет больше, а у другой меньше показателя преломления испытуемого кристалла.

При определении показателя преломления опускаются поляризатор и коллектор; сильно освещается препарат при помощи плоского зеркальца, пучок света диафрагируют так, чтобы полоска Бекке была отчетливо видна. У изотропных веществ определяется показатель преломления в одном направлении, а у анизотропных — в различных. Увеличение микроскопа при этом должно быть не менее 300.

По найденным показателям преломления и другим оптическим характеристикам исследуемых включений в справочных таблицах находят, какому минеральному составу они соответствуют.

При петрографическом анализе используются справочные таблицы оптических констант для изотропных и анизотропных минералогических фаз. Подробное диагностирование наиболее часто встречающихся включений приведено в работах [39; 74].

При определении неметаллических включений особый интерес представляют методы, позволяющие измерить оптические константы минералов в отраженном свете непосредственно на шлифах стали. Такой метод был разработан в ЦНИИЧермете [34], где оптические константы измеряли при помощи двойного микроскопа с поляризационной оптикой конструкции Н. В. Королева.

## ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

Выделенный из металла осадок неметаллических включений анализируется с помощью рентгенографического, электронографического, микрорентгеноспектрального и электроноскопического методов.

Для получения рентгенограммы из осадка, выделенного химическим методом, изготавливают образец в форме цилиндрика диаметром 0,2—0,6 мм [63]. Его получают прессованием с применением связующих веществ (коллодия, лака) или наклеиванием порошка на тонкую стеклянную нить, которая снимается в рентгеновской стандартной цилиндрической камере типа Дебая. Анод рентгеновской трубки следует выбирать с таким расчетом, чтобы соответствующее излучение не возбуждало вторичных характеристических лучей в самом образце.

Данные рентгенограммы сопоставляются с данными специальных справочников [50], после чего решается вопрос о фазовом (или минералогическом) составе осадка, если известен его химический состав.

Вместо рентгенографического метода исследования может быть применен электронографический метод, имеющий ряд преимуществ: быстроту определения и большую чувствительность (можно обнаруживать включения, количество которых в осадке незначительно). Осадок включений для съемки электронограммы должен быть особенно тщательно подготовлен. Его рекомендуется обработать на вибрационной установке, по возможности удалить с помощью магнита и механически все посторонние примеси, тщательно промыть и растереть в агатовой ступке. Измельченный порошок наносят тонким слоем на металлическую или стеклянную пластинку, которую помещают в электронограф для съемки электронограммы на отражение.

Микрорентгенографический метод определения неметаллических включений основан на поглощении рентгеновского излучения материалов образца, причем величина интенсивности, поглощаемой различными включениями, неодинакова [9]. Недостатком этого метода является трудность в изготовлении необходимых образцов: толщина исследуемого образца должна быть равна толщине неметаллического включения, т. е. приблизительно 0,05 мм. На основе микрорентгеноспектрального метода разработаны автоматические счетчики и классификаторы включений, предназначенные для ускоренного определения загрязненности стали. Как правило, эти счетчики состоят из оптического блока и блока электроники. Длительность контроля образцов колеблется в зависимости от марки стали от 10 до 220 с.

Однако в настоящее время количество таких счетчиков очень мало, и применение микрорентгенографического, микрорентгеноспектрального методов и метода радиоактивных изотопов [1] сводится к качественному изучению природы включений.

При исследовании на электронном микроскопе просвечивающего типа изображения вследствие непрозрачности их для электронных лучей получаются тени. Сильная контрастность таких изображений дает возможность достаточно достоверно выявить форму и размеры включений [65]. Подготовка объекта для исследования сводится к тому, чтобы нанести порошок (осадок неметаллических включений) на пленку-подложку, которая имеет то же назначение, что и предметное стекло в световой микроскопии. Пленка-подложка помещается на специальную металлическую сеточку, вносимую в электронный микроскоп. В ка-

честве пленки-подложки наиболее широкое применение получили коллоидные пленки, изготавливаемые из 1—2%-ного раствора нитроклетчатки в амилацетате. В электронных микроскопах предусмотрено получение дифракционной картины с того же объекта, с которого предварительно получено электронномикроскопическое изображение. При этом увеличиваются возможности для идентификации неметаллических включений в стали.

## МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Он прост, удобен и позволяет быстро установить природу включений. Включения определяются под металломикроскопом непосредственно на полированном шлифе, вырезанном из темплетта стали. При качественном металлографическом исследовании должны быть установлены следующие признаки включений: форма и расположение их на шлифе; изменение формы под влиянием деформации (пластичность); цвет в светлом поле зрения; цвет в темном поле зрения и степень их прозрачности; анизотропность или изотропность при просмотре в поляризованном свете; твердость; действие химических реактивов на них.

Неметаллические включения имеют правильную геометрическую форму (шпинели — треугольную, прямоугольную, трапециевидную, силикаты — глобулярную) или неправильную, вытянутую в виде веретена или нитей, пленкообразную по границам зерен, иногда обволакивающую другие включения. Расположение включений может быть равномерным и неравномерным, в виде отдельных обособленных зерен, группами, цепочкой, одно внутри или по краям другого. Важной характеристикой является расположение включений по отношению к структуре металла.

По степени изменения формы под влиянием деформации включения могут быть хрупкие, пластичные и недеформирующиеся.

Цвет включения, видимый под микроскопом, зависит от увеличения микроскопа (чем больше увеличение, тем более светлым становится цвет); применяемого объектива (сухой или иммерсионный), так как иммерсия изменяет отражательную способность включений; размера включений и качества полировки (поверхность некоторых твердых включений после полировки становится выпуклой, что создает различную отражательную способность в центре и по краям включений); состояния поверхности окружающего металла из-за большого контраста между цветом металла и включения.

Прозрачность включений — один из важнейших признаков, по которому все включения делятся на прозрачные и непрозрачные. Прозрачные, в свою очередь, разделяются на прозрачные и полупрозрачные. Степень прозрачности лучше всего определять при наблюдении в темном поле зрения и в поляризованном свете при скрещенных николях.

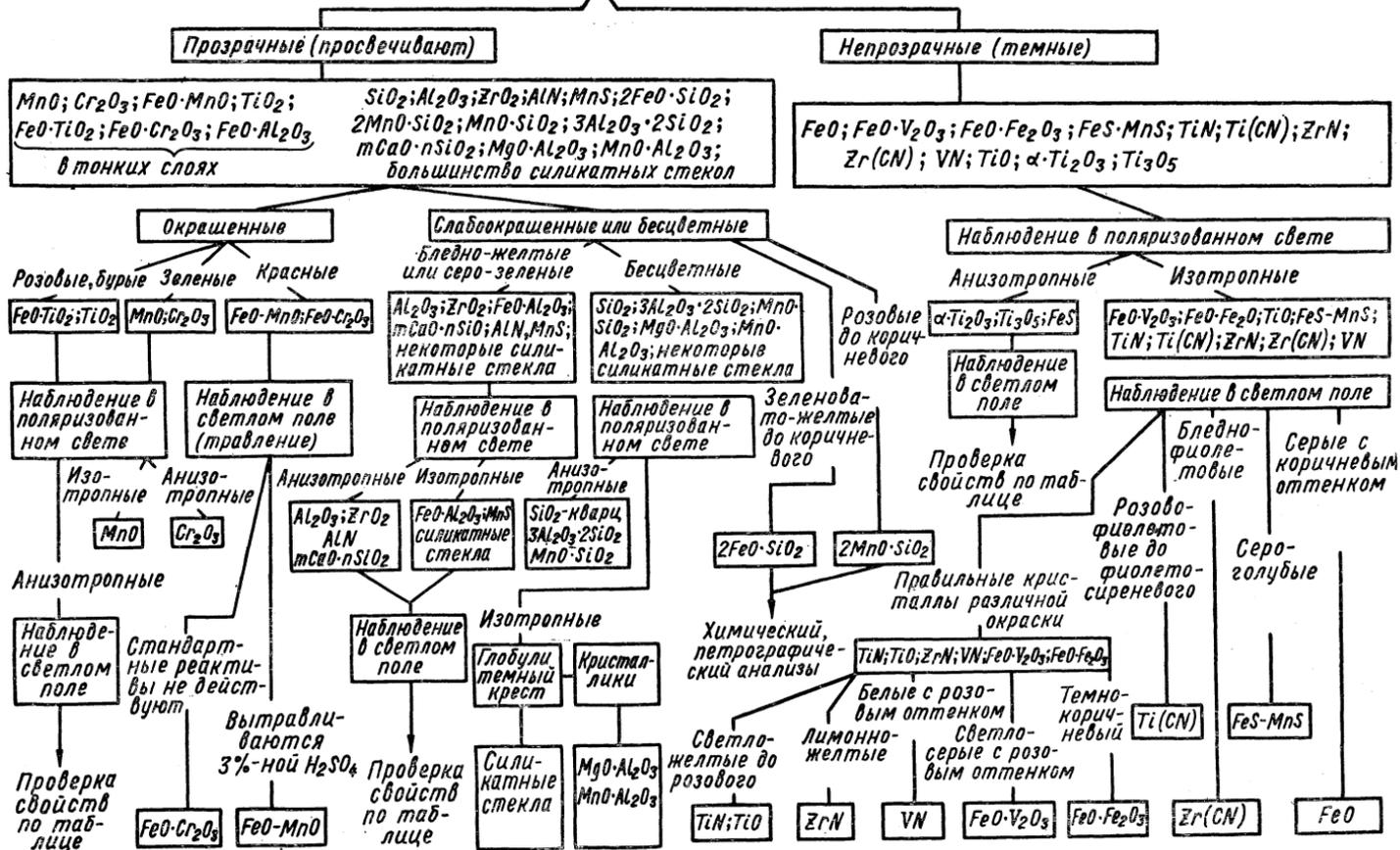
По признаку анизотропии все включения делятся на анизотропные и изотропные. Анизотропные меняют свой цвет при вращении предметного столика микроскопа, причем у сильно анизотропных веществ наблюдаются четыре положения угасания и просветления, а у слабо анизотропных — два. На изотропные включения вращение столика не оказывает никакого влияния.

Весьма важным признаком включений является их отношение к воздействию химических реактивов. При этом включения могут растворяться (вытравливаться), оставляя пустоты; окрашиваться, изменяя цвет; оставаться химически стойкими.

Для качественного определения включений применяются следующие приемы исследования [74]. Наблюдение при обыкновенном прямом освещении в светлом поле зрения с пластинчатым иллиминатором дает возможность исследовать мельчайшие подробности строения объектов, имеющих тонкую сложную структуру. Такой способ освещения целесообразно применять при больших увеличениях, так как при этом достигается наивысшая разрешающая способность объективов. Наблюдение при обыкновенном освещении в светлом поле зрения с призмным иллиминатором применяется, когда нужно рассмотреть общую картину расположения наблюдаемых объектов, а также при фотографировании при малых увеличениях, так как этот способ освещения дает контрастные изображения, но уменьшает разрешающую способность объективов.

Наблюдение нетравленного шлифа в темном поле

Рис. 17. Схема изучения неметаллических включений.



Исследование при обычном освещении в светлом поле зрения при больших увеличениях с иммерсионными объективами дает возможность подробнее и полнее рассмотреть детали строения включения, его поверхностную окраску, отражательную способность, а также обнаружить очень мелкие включения. Изучение включений в темном поле зрения позволяет обнаружить очень мелкие включения, выявить имеющиеся рельефы, определить степень прозрачности включений, определить собственный цвет включений (внутреннюю окраску), наблюдать строение прозрачных и полупрозрачных включений. В поляризованном свете при скрещенных николях определяют прозрачность, собственный цвет и анизотропность включений.

Необходимо также изучение микротвердости включений и травление их химическими реактивами.

Достоинствами металлографического метода качественной оценки неметаллических включений являются его простота, быстрота определения и достаточная точность, так как исследуемые включения определяются, не в выделенном состоянии, а в том естественном виде, в котором они присутствуют в стали. Однако метод не лишен и недостатков, основным из которых является невозможность без помощи других методов определить и изучить еще неизвестные включения. Всякое определение включений следует начинать с изучения металлографического шлифа под микроскопом.

Целесообразно определять включения по определенной схеме (рис. 17), постепенно исключая группы включений, объединенные одинаковыми признаками. Ею можно пользоваться, только изучив характерные признаки основных видов включений и их свойства. В основу схемы положено разделение включений по их прозрачности, определяемой наблюдаемым в темном поле зрения или в поляризованном свете. Этот признак дает возможность разделить включения сразу на две большие группы и исключить из исследования одну из них.

## **КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ЗАГРЯЗНЕННОСТИ СТАЛИ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ВКЛЮЧЕНИЯМИ**

Включения в стали могут иметь размеры от дисперсных, неразличимых при обычно применяемых увеличениях микроскопа, до крупных, видимых невооруженным глазом и имеющих иногда протяженность в несколько десятков миллиметров. Поэтому следует различать макровключения (размером более 1 мм) и микровключения (размером менее 1 мм).

Методы определения загрязненности металла макро- и микровключениями различны. Для определения степени загрязненности металла макровключениями пользуются ГОСТ 3763—76, который предусматривает применение методов испытания на синий излом, ступенчатого машинного и магнитной дефектоскопии. Параметрами, характеризующими неметаллические включения по этому стандарту, считают общее количество и длину или ширину включений. По типу включения не различают.

Сущность метода испытания на синий излом состоит в определении общего количества и распределения неметаллических включений, видимых на поверхности продольного излома, нагретого до температуры, вызывающей синий цвет побежалости. Включения имеют вид белых строчек. Образец толщиной 10 мм отрезают от изделия в холодном или горячем состоянии ацетиленовой горелкой, причем излом должен находиться вне зоны термического влияния. Образец для испытания может иметь надраз в середине одной из сторон перпендикулярно продольной оси изделия. Форма и глубина надреза не являются регламентируемыми характеристиками (наличие надреза упрощает излом образца для испытания).

После нормализации образец нагревают на воздухе так, чтобы в начале испытания металл имел температуру синеломкости (300—350 °С). Излом на одной из двух разрушенных частей образца осматривают невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с увеличением 10. Неметаллические включения контролируются путем сравнения с серией из 10 эталонов, имеющих в стандарте, либо подсчета включений с использованием параметра длины и (или) толщины включений.

Способ оценки полученных результатов выбирают по договоренности между заинтересованными сторонами. Недостатком этого метода является то, что ферритные полосы и карбидные строчечные включения могут быть приняты за неметаллические включения.

Сущность ступенчатого машинного метода заключается в определении общего количества и распределения неметаллических включений, обнаруживаемых в процессе машинной обработки и видимых на продольных поверхностях цилиндрического образца. Количество образцов и их расположение в прутках и болванках стандартом не регламентируются. Образец для испытания обычно содержит три уступа такой длины и диаметра, чтобы площадь поверхности всех уступов была одинаковой. Образец для испытания должен быть точно центрирован; его поворачивают так, чтобы глубина последнего среза была меньше 0,2 мм. Подвергнутая машинной обработке поверхность должна быть ровной и чистой, без резко выраженного рельефа.

Образец осматривают невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с максимальным увеличением 10. Подсчетное количество включений очерчивают, чтобы исключить возможность повторного подсчета. Для каждого уступа определяют количество включений и их длину.

Применение этого метода обладает тем недостатком, что машинная обработка помимо неметаллических включений может выявить трещины, расслон от усадочной раковины и другие макроскопические дефекты.

Сущность метода магнитной дефектоскопии заключается в осмотре обработанной на станке поверхности образца для испытания, которую покрывают жидкостью, содержащей суспензию ферромагнитного порошка, и подвергают воздействию магнитного поля. Неметаллические включения вызывают искажение индуцированного магнитного поля, которое притягивает и удерживает ферромагнитный порошок, давая визуальную индикацию. Метод может применяться только для ферромагнитных сталей. Отбор, количество и расположение образцов стандартом не оговаривается.

Контролируемая поверхность должна являться продольной плоскостью изделия. Подготавливают ее чистым шлифованием в направлении, перпендикулярном направлению прокатки, чтобы различить все метки, нанесенные при механической обработке, и избежать «вырывания» включений. Магнитная жидкость, которая наносится на образец, состоит из 5—10 г магнитного порошка (окиси железа с размером частиц 0,5—1 мкм) на 1 л жидкости. В качестве жидкости может применяться вода (с антикоррозионными добавками), керосин или прозрачное светлое минеральное масло.

Метод намагничивания предполагает прямое пропускание через образец тока интенсивностью 200 А/см<sup>2</sup> с обработкой поверхности жидкостью. После этого образец тщательно просушивают струей воздуха. Магнитное изображение рассматривают под белым флуоресцентным светом. Вместо непосредственного изучения поверхности можно исследовать ее отпечаток. Для этого на поверхности помещают кусок липкой ленты из прозрачной целлюлозы, клейкой стороной к образцу. Ленту прижимают к образцу таким образом, чтобы к ней прилип магнитный порошок. Эту операцию следует выполнять под током, чтобы избежать изменения магнитного изображения.

Количество строчечных включений, а также их распределение по размерам можно получить, используя классификацию для ступенчатого метода испытания.

Макровключения, кроме указанных способов контроля, для исследовательских целей могут оцениваться другими способами [64]. При этом наиболее удобными критериями загрязненности макровключениями являются среднее количество этих включений на определенной площади и средняя суммарная протяженность включений на определенной площади.

Существующие методы оценки загрязненности металла микровключениями разделяются на методы сравнения загрязненности шлифа включениями с эталонными шкалами и методы подсчета включений на нетравленном шлифе с определением объемного или массового количества включений. Оценивают загрязненность конструкционных сталей и сплавов шкалами ГОСТ 1778—70 (метод III), подшипниковой — ГОСТ 801—78. Неметаллические включения определяют только на деформированном металле диаметром или толщиной не менее 6 мм на шлифах с продольным направлением волокон. Загрязненность деформированного металла

диаметром или толщиной менее 6 мм определяют в промежуточном профиле или заготовке.

Сравнительные данные по классификации включений и критериям при оценке загрязненности сталей приведены в табл. 15. Классификация включений подшип-

**15. Сравнительные данные по классификации включений и критериям оценки загрязненности плавки неметаллическими включениями**

Показатель *	ГОСТ 1778—70	ГОСТ 801—78
<i>Классификация по видам</i>		
Оксиды:		
строчечные	+	+
точечные	+	—
недеформирующиеся (глобулярные)	—	+
Силикаты:		
хрупкие	+	—
пластичные	+	—
недеформирующиеся	+	—
Сульфиды	+	+
Нитриды и карбонитриды:		
строчечные	+	—
точечные	+	—
Нитриды алюминия	+	—
<i>Критерии оценки</i>		
Средний балл как среднее арифметическое максимальных оценок каждого образца	+	+
Средний и максимальный баллы и количество образцов с баллом выше максимального, % общего количества образцов	+	—
Средний и максимальный баллы и количество образцов с максимальным баллом	+	—
Количество полей зрения с баллом 2 и более отдельно по кислородным, сульфидным и нитридным включениям, отнесенным к площади 10 см <sup>2</sup>	+	—

\* Знак «+» свидетельствует о наличии, а знак «—» об отсутствии данного вида включений или критерия оценки в требованиях указанного стандарта.

никовой стали по природе, а также по критериям оценки загрязненности является как бы частным случаем более общей классификации. Однако имеются и существенные различия при определении загрязненности по этим стандартам. Так, шкалы неметаллических включений по ГОСТ 1778—70 пятибалльные, а по ГОСТ 801—78 — четырехбалльные. По ГОСТ 1778—70 предусматривается возможность оценки загрязненности при увеличениях 90—110 и 170—210, причем для каждого увеличения оговаривается по два диаметра поля зрения. Так, для увеличения 90—110 предусмотрены диаметры поля зрения 0,75—0,85 и 1,1—1,3 мм, а для увеличения 170—210 — 0,38—0,48 мм и 0,60—0,80 мм. При определении загрязненности по ГОСТ 801—78 регламентируется только одно увеличение 90—110 и один диаметр поля зрения 1,1—1,3 мм.

Недостатком существующих шкал является объединение в одной шкале двух показателей, в основном определяющих влияние включений данного типа на качество стали: общая загрязненность стали, характеризуемая процентом включений по объему, и дисперсность включений, оцениваемая их размерами. При общей низкой загрязненности стали включения данного типа могут быть очень крупными и наоборот, в то время как шкалы построены так, что этот фактор в них совершенно не учтен. Кроме того, оценка чистоты стали по эталонам

в значительной степени является субъективной, так как форма и распределение неметаллических включений на шлифе очень разнообразны и не всегда соответствуют схемам шкал.

В общем случае определение загрязненности по шкале стандарта носит количественный характер и не всегда позволяет ответить на вопрос о действительной степени загрязненности той или иной плавки неметаллическими включениями. Именно поэтому в ГОСТ 1778—70 приведены три количественных метода оценки загрязненности: К — для испытания деформированного и литого металла; П — для подсчета объемного процента включений деформированного и литого металла; Л — для линейного подсчета включений литого металла.

Метод К рекомендован для контроля шарико- и роликоподшипниковых сталей, коррозионностойких сталей, прецизионных сплавов, а также конструкционных и инструментальных сталей, предназначенных для изготовления изделий высокого класса точности и чистоты поверхности.

Для подсчета степени загрязненности деформированного металла по методу К применяют шлифы с продольным направлением волокна. Вся площадь шлифа просматривают при увеличении 170—180, причём включения по природе делят на кислородные, сульфидные и нитридные. По размерам включения делятся на группы с возрастанием размера на 1 деление окулярной шкалы (например, 1-я группа — 1—2 деления окулярной шкалы, а 5-я — свыше 5—6). Количество групп зависит от максимальных размеров включений.

Критерием оценки загрязненности плавки неметаллическими включениями по этому методу служит количество включений каждой группы на площади 24 см<sup>2</sup> (эта площадь приведена из расчета 6 шлифов на плавку, причём площадь каждого шлифа 4 см<sup>2</sup>). Иногда в качестве критерия применяют не количество включений каждой группы, а количество включений групп с большим размером, например, 2—5-й групп.

Метод П предусматривает определение загрязненности деформированного металла на шлифах с поперечным направлением волокон. Шлиф просматривают при увеличении от 300 до 600 в зависимости от степени дисперсности включений. Разделение включений по природе стандартом не регламентируется — исследователь выбирает те виды включений, которые необходимы для решения поставленной перед ним задачи.

Размер включений на шлифах определяют с помощью окулярной шкалы по группам, приведенным в табл. 16. Группы построены по принципу возрастания площади включений в геометрической прогрессии со знаменателем 2. Перед просмотром шлиф расчерчивают от края до центра на пять равных зон (рис. 18). Поля зрения по зонам на каждом шлифе выбирают в соответствии с требованиями табл. 17. В каждой зоне шлифа поля зрения выбирают по прямым линиям, перпендикулярным к оси слитка или проката. Для подсчета площади, занятой включениями на шлифе, количество включений каждой группы умножают на

16. Рекомендуемые размерные группы включений

Группа включений	Средняя значимость для групп по площади включений	Размер включения, деления окулярной шкалы		Площадь включения, деления окулярной шкалы в квадрате
		по диаметру	по стороне квадрата	
1	1/4	0,5—0,7	0,4—0,6	0,18—0,35
2	1/2	0,7—0,9	0,6—0,8	0,35—0,7
3	1	0,9—1,3	0,8—1,2	0,7—1,4
4	2	1,3—1,9	1,2—1,7	1,4—2,8
5	4	1,9—2,7	1,7—2,4	2,8—5,6
6	8	2,7—3,8	2,4—3,4	5,6—11,3
7	16	3,8—5,4	3,4—4,8	11,3—22,6
8	32	5,4—7,6	4,8—6,7	22,6—45,1
9	64	7,6—10,7	6,7—9,7	45,1—90,2
10	128	10,7—15,2	9,7—13,4	90,2—180,5
11	256	15,2—21,4	13,4—19,0	180,5—361,0
12	512	21,4—30,3	19,0—26,9	361,0—722,0
13	1024	30,3—42,9	26,9—38,0	722,0—1444,0

среднее значение площади включений данной группы и полученные произведения во всем группам суммируют.

Критерием оценки загрязненности плавки неметаллическими включениями по этому методу является среднее арифметическое значение процента по объему для каждого шлифа и количество включений определенных групп на площади 100 см<sup>2</sup>. Содержание включений в объемных процентах  $V$  вычисляют по формуле

$V = f_{\text{ср}} K$ , где  $f_{\text{ср}}$  — средняя площадь включений в одном поле зрения, опреде-

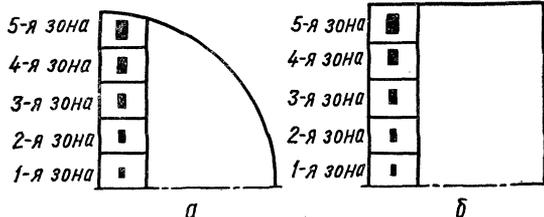


Рис. 18. Схема определения неметаллических включений металлографическим методом на прокате круглого (а) и прямоугольного (б) профилей.

ляется как частное от деления общей площади включений на количество полей зрения;  $K$  — коэффициент, равный  $100/F$ ;  $F = \pi D^2/4$  — площадь поля зрения, выраженная в делениях окулярной шкалы в квадрате;  $D$  — диаметр поля зрения в делениях окулярной шкалы, определяемый делением диаметра поля зрения, мм, на цену деления окулярной шкалы.

### 17. Выбор полей зрения по зонам шлифа

Увеличение	Минимальное количество полей зрения по зонам					Общее количество полей зрения на шлифе
	1	2	3	4	5	
×300 и ×400	5	15	25	35	45	125
×500 и ×600	15	45	75	105	135	375

Величины  $F$ ,  $D$  и  $K$  являются постоянными для данного микроскопа и увеличения.

Метод П рекомендуется стандартом как исследовательский для сталей и сплавов всех марок.

По методу Л определяют загрязненность литой стали при увеличении 300 или 500. Предварительно шлиф расчерчивают параллельными линиями в произвольном направлении таким образом, чтобы выбранная для подсчета длина была не менее 3 см и охватывала все зоны литых проб. Шлиф передвигают с помощью микрометрических винтов предметного столика микроскопа в одном направлении вдоль отмеченных линий, измеряют максимальные размеры включений, попадающих в перекрестие нитей окуляра, и фиксируют их в соответствии с группами, указанными в табл. 18. Вид включений, подлежащих оценке, зависит от цели исследования.

Критерием оценки загрязненности плавки неметаллическими включениями по методу Л является загрязненность включениями на общей длине 10 см. Загрязненность включениями

$$И = b \sum a_i m_i / l,$$

где  $b$  — цена деления окулярной шкалы при данном увеличении, мкм;  $a_i$  — среднее значение размеров включений в делениях окулярной шкалы;  $m_i$  — количество включений данной группы;  $l$  — длина подсчета, мкм.

Метод Л рекомендуется стандартом как исследовательский для оценки литья из углеродистой и легированной конструкционной стали.

Так как рекомендованные стандартом счетные методы отличаются исключительно высокой трудоемкостью (особенно метод П), в исследовательских целях для решения определенных задач применяются и другие методы подсчета загряз-

ненности стали неметаллическими включениями, например, линейно-поперечный (аналогичен методу Л по ГОСТ 1778—70).

В работах [28; 29] предложены показатели, связанные корреляционной зависимостью с объемным процентом включений, как наиболее точным критерием загрязненности стали. К ним относятся удельные количества (приходящиеся на 1 мм<sup>2</sup>) оксидной и сульфидной фазы, а также максимальный размер включений на шлифе. Результаты, полученные этим методом, хорошо воспроизводимы, отличаются объективностью и быстротой определения.

## 18. Рекомендуемые размерные группы включений

Группы включений	Размеры включений, деления окулярной шкалы	Средние значения размеров включений, деления окулярной шкалы	Группы включений	Размеры включений, деления окулярной шкалы	Средние значения размеров включений, деления окулярной шкалы	Группы включений	Размеры включений, деления окулярной шкалы	Средние значения размеров включений, деления окулярной шкалы
1	0—2,0	1	6	10,1—12,0	11	11	20,1—22,0	21
2	2,1—4,0	3	7	12,1—14,0	13	12	22,1—24,0	23
3	4,1—6,0	5	8	14,1—16,0	15	13	24,1—26,0	25
4	6,1—8,0	7	9	16,1—18,0	17	14	26,1—28,0	27
5	8,1—10,0	9	10	18,1—20,0	19	15	28,1—30,0	29

Для оценки загрязненности стали крупными строчечными неметаллическими включениями на каждом шлифе определяют максимальную длину строчки и суммарную длину строчек, приходящуюся на 1 см<sup>2</sup> поверхности шлифа. Загрязненность плавки оценивается средними величинами этих характеристик и максимальной длиной строчки из группы анализируемых шлифов.

Широкое распространение для подсчета неметаллических включений получили телевизионные устройства типа «Квантимет». В микроскопах такого типа имеется система памяти, что позволяет устранить повторный подсчет одних и тех же неметаллических включений, а также ограничитель, позволяющий учитывать неметаллические включения только определенного размера. Различные по природе неметаллические включения дифференцируются по разнице в их отражательной способности. Этот анализ требует исключительно качественного приготовления шлифов. Кроме того, возникают трудности при оттенении включений разного типа.

## Глава V

### ФРАКТОГРАФИЯ

Фрактография изучает строение изломов, т. е. поверхность образца или детали, образовавшуюся при их разрушении (разделении на части) в результате эксплуатации либо испытания. Фрактографический метод является одним из немногих, способных ответить на вопрос о причинах и механизме нарушения сплошности материала. Излом служит как бы своеобразной фотографией процесса разрушения, структурного состояния и свойств материала в локальном объеме при прохождении магистральной трещины, определяющей разделение (разрушение) тела.

Фрактографический метод исследования предусматривает нахождение связи строения металла в изломе с условиями деформирования и разрушения и установление связи строения излома с металлографической структурой металла. Оба эти подхода взаимно дополняют друг друга и позволяют с помощью метода фрактографии решать важные задачи, связанные с установлением характера и

причин разрушения при эксплуатации, оценкой качества и структуры металла, изучением закономерностей процесса разрушения, влиянием технологических, структурных и других факторов на разрушение.

Фрактографический метод исследования предполагает получение качественной и количественной информации о структуре изломов путем визуального их рассмотрения, а также с помощью световых и электронных микроскопов [5; 25; 57; 66; 68]. Исследование изломов невооруженным глазом либо при небольших увеличениях (до 60—120) позволяет получить общую картину процесса разрушения (макрофрактография). Возможность более подробного и полного изучения рельефа в пределах нескольких зерен и субзерен реализуется при использовании более значительных увеличений до нескольких тысяч и десятков тысяч крат (микрофрактография). В зависимости от технических возможностей и задач исследования анализ изломов может быть проведен на макро- и микроуровне либо с привлечением всего диапазона увеличений.

Кроме этого, при анализе изломов в соответствии с целями исследования могут быть проведены изучение и измерение геометрии поверхности разрушения, определение шероховатости рельефа и ориентации элементарных участков в изломе; фотометрирование поверхностей разрушения; исследование фазового состава, тонкой структуры, физических и механических свойств металла в зоне излома с применением рентгенографического, магнитного, электрохимического и других методов.

## **КЛАССИФИКАЦИЯ ИЗЛОМОВ И ИХ ХАРАКТЕРНЫЕ ПРИЗНАКИ**

Вид излома служит критерием оценки качества металла. Существует удобное для практики, но весьма условное деление изломов на хрупкие и вязкие. Основным признаком такого деления служит степень макропластической деформации, сопровождающей разрушение. Изломы классифицируют также по признакам, учитывающим микромеханизм разрушения, характер силового воздействия (тип нагружения), энергию разрушения и т. п. Классификация основных видов поверхностей разрушения (изломов) металлов [54] представлена на рис. 19.

Анализ изломов по предложенным в классификации основным признакам позволяет достаточно полно и достоверно охарактеризовать процесс разрушения материала. По характеру силового воздействия изломы в соответствии с принятой классификацией делят на три группы.

1. Изломы кратковременного однократного статического и динамического нагружения. Силовое воздействие характеризуется монотонно изменяющейся нагрузкой, отсутствием периода постоянной нагрузки либо его малой величиной по сравнению с периодом нагружения. Изломы такого типа образуются в результате эксплуатации деталей либо разрушения образцов на испытательных машинах с применением простых видов нагружения — растяжения, сжатия, изгиба, кручения [57; 68].

2. Изломы длительного статического нагружения. Их образование характеризуется периодом постоянства нагрузки, совмеримым с периодом процесса развития повреждений, приводящих к разрушению. При этом существенное влияние оказывают температура и действие активных (коррозионных) рабочих сред. С учетом сказанного в пределах рассматриваемой группы изломов следует различать:

а) изломы замедленного разрушения, образующиеся при нормальной температуре и без воздействия коррозионной среды. Такое разрушение может быть следствием действия постоянных внешних нагрузок либо остаточных напряжений. Часто наблюдается в закаленных сталях, не прошедших смягчающего отпуска, а также после технологических операций, способствующих наводораживанию;

б) изломы, образующиеся при длительном статическом нагружении и высоких температурах в условиях ползучести;

в) изломы, образующиеся при длительном статическом нагружении в условиях нормальной температуры при воздействии коррозионной среды (изломы коррозии под напряжением).

3. Изломы усталостного разрушения образуются под действием периодически и многократно изменяющейся нагрузки. В свою очередь, подразделяются на

**изломы**, характеризующиеся многоцикловым нагружением (собственно усталостные) и малоцикловым нагружением в широком интервале температур без воздействия коррозионной среды. При воздействии коррозионной среды выделяют коррозионно-усталостные изломы, при периодическом изменении температуры — термоусталостные.

Исследуемые поверхности разрушения не всегда позволяют однозначно судить о характере силового воздействия. Малоцикловые усталостные изломы, например, могут внешне походить на собственно усталостные либо на изломы кратковременного однократного нагружения [54]. Тем не менее при проведении фрактографического анализа необходимо в первую очередь учитывать характер силового воздействия.

По степени пластической деформации при разрушении изломы подразделяются на хрупкие, квазихрупкие и вязкие. Хрупкому излому соответствует относительное сужение площади поперечного сечения не более 1,5 %, квазихрупкому — до 15, вязкому — более 15 %. Такое деление является довольно условным и касается главным образом изломов кратковременного однократного нагружения.

При классификации изломов по энергетическому признаку принимается во внимание работа разрушения. Хрупкий излом характеризуется условно малой работой разрушения ( $A < 5$  Дж), квазихрупкий — средней ( $A = 5..20$  Дж) и вязкий — высокой ( $A > 20$  Дж).

Вопросы классификации изломов по другим признакам, характеризующим макро- и микроскопический аспекты разрушения, рассматриваются в соответствующих разделах.

## МАКРОСКОПИЧЕСКАЯ ФРАКТОГРАФИЯ

Макроскопическое исследование изломов является первой и необходимой стадией фрактографического анализа. Макроанализ предусматривает фотографирование изломов с помощью фотоприставок и специальных оптических приборов (МФН-2, МФН-8, МФН-12). Для фрактографического исследования используются свежееобразованные поверхности разрушения без механических повреждений, следов окисления, грязи и т. п. В случае необходимости изломы очищают, промывая их в каком-либо растворителе (табл. 19). После промывки излом просушивают в струе теплого воздуха. При очистке излома следует очень осторожно применять реактивы, растворяющие металл, так как это может привести к искажению рельефа излома. При изучении характера и причин эксплуатационных разрушений очистка проводится только после тщательного осмотра излома в нетронутном виде. Наличие окислов, следов масла, краски и так далее может дать дополнительную информацию об условиях возникновения трещины и развития процесса разрушения [68].

Анализ макроизлома начинают с осмотра поверхности разрушения невооруженным глазом либо с помощью 5—10-кратной лупы. Постепенно при помощи бинокулярного микроскопа переходят к увеличениям 20—120. Затем фотографируют макроизлом (увеличение до 10) и отдельные его участки ( $\times 15—20$ ). Угол освещения выбирают в зависимости от характера макрорельефа и необходимости выделить на фотоснимке какую-либо особенность строения излома.

При проведении макроскопического анализа излом оценивается и классифицируется по следующим основным признакам: ориентация поверхности разрушения; макрогеометрия; степень пластической деформации; шероховатость, цвет, блеск.

Ориентация излома связана с характером нагружения, напряженного состояния, ролью нормальных и касательных напряжений, вызывающих разрушение. Приведенная схема (рис. 20) позволяет представить начальные направления вязкого и хрупкого разрушения при различных видах кратковременного однократного нагружения [57].

По ориентации изломы классифицируют на прямой, косой и прямой со скосами (чашечный).

Прямым (рис. 21, а) называют излом, поверхность которого ориентирована нормально к оси образца или детали, т. е. перпендикулярно направлению наибольших растягивающих усилий. Такая ориентация излома является характерным признаком макрохрупкого разрушения.

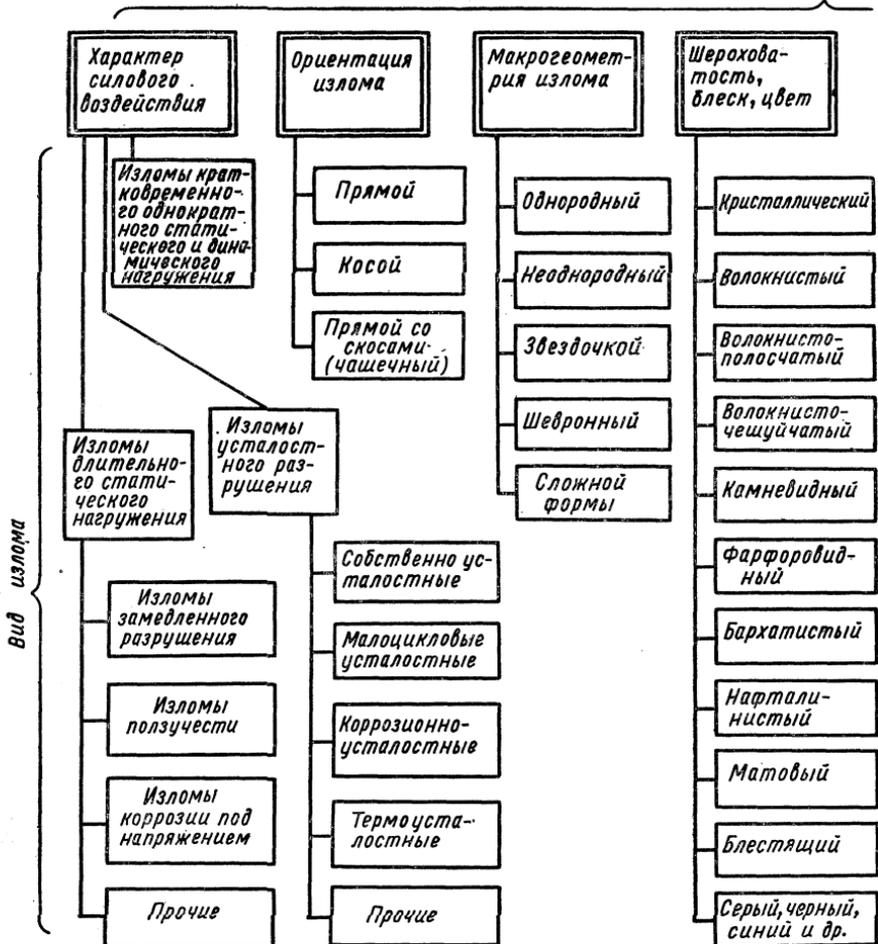


Рис. 19. Классификация основных видов изломов.

Прямой излом со скосами (чашечный) (рис. 20, б) образуется при растяжении гладких цилиндрических образцов чаще всего конструкционных легированных сталей и характеризуется наличием поверхности волокнистого строения, расположенной в средней части сечения образца перпендикулярно направлению максимальных растягивающих напряжений, и боковых скосов, ориентированных примерно под углом  $45^\circ$  к основной поверхности разрушения.

Формирование «чашки» связано с образованием шейки в деформируемом образце, обусловливающей возникновение значительных боковых и осевых напряжений в центре образца. Здесь начинается разрушение, которое вначале распространяется в плоскости, ориентированной нормально к оси образца. В результате изменения напряженно-деформированного состояния при приближении трещины к поверхности образца она меняет свое направление в сторону максимальных касательных напряжений с образованием боковых скосов. Иногда конечная стадия разрушения сопровождается образованием двойной чашки (рис. 20, в).

Косой излом (рис. 20, г), т. е. такой, поверхность которого наклонена под



углом к оси образца или детали, образуется путем среза в плоскости максимальных касательных напряжений. Наблюдается чаще всего при разрушении анизотропных материалов с ограниченной пластичностью и сопротивлением разрушению срезом, например, у магниевых и алюминиевых деформируемых сплавов и др.

Наличие боковых сколов по краю излома (чашки), как и косой излом, является признаком макровязкого разрушения. Размеры сколов увеличиваются с возрастанием зоны пластической деформации, сопутствующей разрушению. При максимальной реализации пластичности материала в зоне разрушения при растя-

### 19. Способы очистки изломов

Метод очистки *	Реактив	Порядок проведения операций
Промывка	Растворители РДВ и Р5, бензин, этиловый спирт	Многочисленное погружение в растворитель с протиранием волосяной щеткой. Промывка в бензине и спирте
Очистка с помощью ультразвуковых колебаний	0,2%-ный раствор $CCl_4$ или раствор гексаметилентетрамина в 20%-ной HCl	Очистка в растворах в моечных ультразвуковых ваннах. Время очистки подбирается в зависимости от степени загрязнения излома
Удаление окисного слоя	20%-ный раствор $H_2SO_4$ , замедлитель ЧМ	Погружение излома в раствор и замедлитель с последующим визуальным контролем
Удаление окисного слоя с изломов деталей из алюминия и его сплавов	10%-ный раствор NaOH или KOH	Промывка раствором щелочи

\* Окислившееся, закоксовавшееся масло или грязь снимают чернильной резинкой для изломов стальных деталей и простой — для деталей из легких сплавов.

жении могут образовываться полностью конические изломы, характерные лишь для очень пластичных материалов (свинец, чистый алюминий, электролитическая медь и т. п.) (рис. 20, д).

Для изломов длительного статического нагружения при комнатной температуре характерны поверхности, перпендикулярные максимальным растягивающим напряжениям, типичные для макрорупкого разрушения. Очень хрупкие мате-

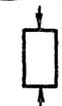
Способ нагружения		Напряжение		Вид нагружения	
		$\sigma_{\max}$	$\tau_{\max}$	Отрыв	Срез
Растяжение					
Сжатие					
Срез					
Кручение					
Чистый изгиб					
Изгиб с периодической силой					
Вдавливание					

Рис. 20. Схема начальных направлений вязкого и хрупкого разрушений при различных видах кратковременного нагружения (указаны направления максимального удлинения).

риалы могут подвергаться замедленному разрушению даже под действием сжимающих напряжений, образуя излом, ориентированный перпендикулярно к линии максимальных поперечных деформаций.

Макрогеометрия излома подразумевает размерную оценку различных зон поверхности разрушения. Оценка макроизлома по геометрическим признакам

предусматривает дифференциацию их на однородные и неоднородные, а также изломы звездочкой, шевронный и сложной формы.

Однородный излом характеризуется морфологически одинаковой поверхностью, что наблюдается довольно редко, например, при разрушении лишь весьма хрупких материалов, углеродистых сталей при низких температурах.

Большинство изломов отличается неоднородностью строения, наличием геометрических зон с различной макроориентированностью, кристалличностью, шероховатостью, блеском и т. п. и классифицируется как неоднородные.

Неоднородность строения излома может быть обусловлена двумя основными причинами: неоднородностью самого исследуемого материала по химическому составу, структуре и свойствам, и особенностями процесса разрушения, связанными с исходной неоднородностью напряженного и деформированного состояния или изменением этого состояния [15]. Так, при однократном изгибе на изломах наблюдаются зоны кристаллического либо волокнистого строения в центральной части образца и зоны более дисперсного волокнистого (шелковистого) строения — боко-

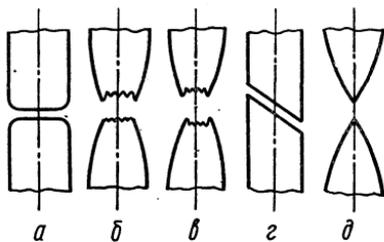


Рис. 21. Характерные виды макроизлома при растяжении:

*a* — прямой; *b* — прямой со скосами типа «чашка—конус»; *c* — прямой со скосами типа «двойная чашка»; *d* — косой; *e* — конический.

вые кромки среза (скосы). При длительных нагружениях неоднородность проявляется в наличии зон стабильного развития трещины и быстрого разрушения (долом). В случае неоднократного осевого растяжения на изломах цилиндрических образцов пластичных материалов выявляются дно и скосы чашки, при разрушении менее пластичных материалов формируется излом звездочкой. От излома чашкой он отличается тем, что имеет так называемые рубцы — радиально расположенные возвышения, у которых одна стенка почти перпендикулярна, а другая наклонена к основной поверхности разрушения. Образование такого рельефа связывается с возникновением в центре образца фокуса разрушения и с изменением объемно-напряженного состояния в первой стадии разрушения (формирование шейки), при котором кольцевые объемные напряжения становятся почти равными осевым [15; 57].

При разрушении растяжением с изгибом образцов и деталей прямоугольного сечения образуется шевронный излом, представляющий собой систему ступенек, образующих рисунок «елочки» или шеврона. Вершины шеврона обращены к зоне начала разрушения. Шевронный рельеф является признаком малой пластической деформации при разрушении. Шеврон хорошо заметен на смешанных (квази-хрупких) изломах и почти не заметен на кристаллических.

На поверхностях разрушения очень хрупких материалов могут наблюдаться специфические неровности в виде одной или нескольких линий, располагающихся вокруг центра разрушения, — линии Вальнера [15; 80]. Они являются следствием взаимодействия фронта распространяющейся трещины с фронтом упругой волны, создаваемой отражением от какого-либо дефекта или препятствия для развития разрушения (рис. 22). Линии Вальнера могут пересекаться между собой в отличие от усталостных борозд, которые никогда не пересекаются в пределах одного плато (террасы).

Неоднородность макростроения изломов хорошо наблюдается на типичных изломах усталостного разрушения (рис. 23). Различаются очаг разрушения, зоны развития усталостного разрушения и долома. Очаг разрушения представляет собой относительно небольшое место зарождения разрушения, включающее в себя фокус излома (микроскопическое место зарождения трещины). Очаги разрушения располагаются в основном на поверхности детали или образца в местах концентрации напряжений или различного рода дефектов.

В зоне развития усталостной трещины различают причаговую область и область собственно усталостного разрушения с участком ускоренного развития трещины перед окончательным разрушением (долом). Причаговая область характеризуется мелкозернистой структурой и малой шероховатостью, имеет

блестящий вид. Зона усталостного разрушения отличается дисперсностью строения, гладкой матовой поверхностью с бархатистым оттенком. Шероховатость поверхности уменьшается при снижении амплитуды напряжения и скорости распространения магистральной усталостной трещины.

Макроскопическим признаком усталостного излома являются усталостные линии, образование которых обусловлено остановкой фронта или снижением

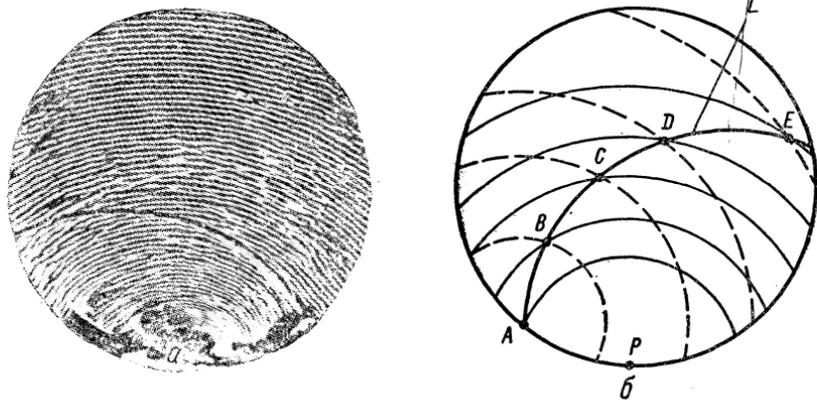


Рис. 22. Линии Вальнера в изломе стекла (а) и схема их образования (б): L — линия Вальнера; P — очаг разрушения; A — дефект на поверхности стеклянного стержня; B, C, D, E — точки пересечения фронта разрушения с фронтом упругой волны.

скорости распространения трещины. Правильность расположения линий усталости связывают с периодичностью изменений условий нагружения. В местах расположения усталостных линий отмечается упрочнение металла.

Участок ускоренного развития трещины, отражающий переход от зоны усталостного разрушения к зоне долома, образует более шероховатый микрорельеф излома, соответствующий возрастанию скорости распространения трещины. При этом имеет место

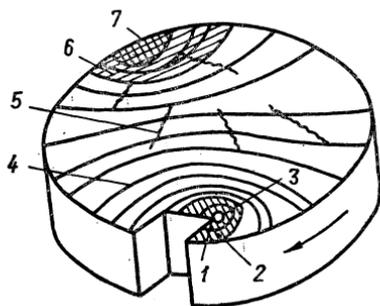


Рис. 23. Макростроение усталостного излома (схема):

1 — очаг; 2 — приочаговая зона; 3 — первичные ступеньки сброса; 4 — усталостные линии; 5 — вторичные ступеньки сброса; 6 — переходная зона; 7 — зона долома; 8 — направление вращения вала.

увеличение количества и глубины вторичных трещин с образованием больших вторичных ступенек сброса, а также локальное отклонение направления разрушения.

Зона долома соответствует заключительной (быстрой) стадии разрушения, связанной с уменьшением сечения образца при росте трещины. В хрупких материалах излом в зоне долома имеет в основном кристаллическое строение, для вязких материалов характерно волокнистое строение [35].

На макростроение усталостных изломов существенное влияние оказывают наличие концентраторов напряжений на поверхности образцов, вид и уровень номинальных циклических напряжений [22; 57; 80].

Влияние вида и величины циклического напряжения с учетом формы образцов и концентратора напряжений (надрезов) на макростроение усталостных изломов показано схематически на рис. 24.

Высокое номинальное напряжение			Низкое номинальное напряжение			Вид нагружения
Гладкий образец	Мягкий надрез	Острый надрез	Гладкий образец	Мягкий надрез	Острый надрез	
						Растяжение (сжатие) 
						Односторонний изгиб 
						Двусторонний изгиб 
						Кручение с изгибом 
						Кручение 

Рис. 24. Схемы строения усталостных изломов образцов при различных видах нагружения (зоны долома заштрихованы).

Характеристика изломов по шероховатости, блеску и цвету учитывает особенности строения и дисперсность структурных составляющих поверхности разрушения.

Шероховатость (наличие неровностей) излома связана с условиями нагружения при разрушении, характером распространения трещины, кристаллографи-

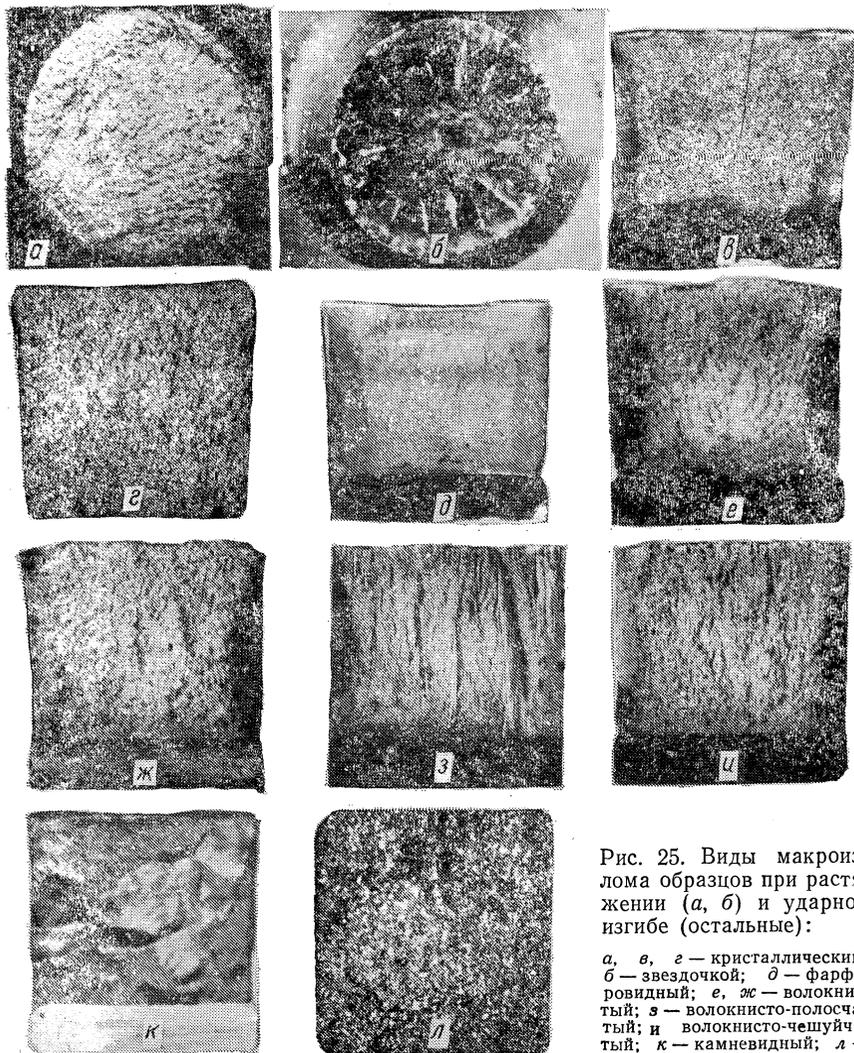


Рис. 25. Виды макроизлома образцов при растяжении (а, б) и ударном изгибе (остальные):

а, в, г — кристаллический; б — звездочкой; д — фарфоровидный; е, ж — волокнистый; з — волокнисто-полосчатый; и — волокнисто-чешуйчатый; к — камневидный; л — нафталинный.

ческой ориентацией элементов структуры, размером зерен материала, степенью их деформации и т. п.

Деление изломов на кристаллический и волокнистый предполагает в определенной мере оценку характера и микроскопического механизма разрушения. Наличие кристаллического излома является одним из характерных признаков хрупкого разрушения, а наличие волокнистого — вязкого.

Кристаллический излом (рис. 25, а, в, г) образуется в условиях разрушения с малой пластической деформацией, характеризуется наличием на поверхности

разрушения блестящих плоских участков (фасеток). Различают крупнокристаллические и мелкокристаллические изломы в зависимости от степени дисперсности фасеток. Поверхность разрушения с почти неразличимым мелкокристаллическим строением, гладкая, матовая, сходная с поверхностью разрушения фарфора классифицирует излом как фарфоровидный (рис. 25, *д*).

Волокнистый излом (рис. 25, *е, ж*) характеризуется наличием волокон, образующихся при пластической деформации зерен в процессе разрушения. Он имеет матовую шероховатую поверхность в случае распространения разрушения в плоскости, перпендикулярной направлению действия максимальных растягивающих напряжений. Когда разрушение совпадает с направлением действия касательных напряжений, волокнистый излом приобретает более блестящий, шелковистый вид.

Волокнисто-полосчатый (рис. 25, *з*) излом представляет собой поверхность разрушения, имеющую слоистое строение. Слои располагаются в виде почти параллельно ориентированных волокон различной длины, заканчивающихся поперечными уступами. Слоистость является признаком анизотропии механических свойств и связана со структурной неоднородностью материалов. Появление волокнисто-полосчатой структуры излома является признаком одного из существенных пороков стали — шиферности. Образование шиферности связывают [57; 68] с ликвацией, строчечностью структуры, наличием большого количества строчечных неметаллических включений, повышенным содержанием газов ( $H_2$  и  $CO$ ) в стали и др. Иногда поверхность шиферного излома может иметь мелкозернистое строение, сплошность которого нарушается наличием полос и уступов.

В случае разрушения деформированных материалов в направлении толщины листа (перпендикулярно к его плоскости) поверхность разрушения имеет вид гладких участков в виде чешуек и носит название волокнисто-чешуйчатого излома (рис. 25, *и*).

Камневидным (рис. 25, *к*) называют полностью или частично межзеренный излом, характеризующийся грубозернистым бугорчатым строением, без металлического блеска. Зерна ограничены криволинейной поверхностью с более или менее острыми ребрами и иногда имеют вид как бы оплавленных. Камневидный излом наблюдается при разрушении перегретой стали и сопровождается значительным снижением механических свойств, особенно ударной вязкости и пластичности. Общей причиной образования камневидного излома сталей является выделение избыточных, ограниченно растворимых в  $\gamma$ -фазе частиц (сульфидов, нитридов, карбидов, боридов) или оплавление эвтектик в зернограничных объемах.

Различают камневидный излом двух типов: первичный — при разрушении отливок или заготовок (проката, штамповки), не подвергающихся термической обработке выше верхней критической точки, и устойчивый, образующийся при разрушении перегретой (или литой) и затем термически обработанной стали.

Исправление первичного камневидного излома возможно при кратковременном нагреве стали до 1050—1110 °С, в процессе которого происходит рекристаллизация аустенита. Исправление устойчивого камневидного излома связано с необходимостью длительных обработок при высоких температурах (типа гомогенизации) в сочетании с интенсивной деформацией. Однако исправление структуры стали с камневидным изломом может быть рекомендовано лишь в случаях незначительного перегрева, когда это не сопровождается существенным снижением механических свойств.

К числу практически неустраняемых дефектов, вызванных нарушениями технологии термической и горячей механической обработки, относится нафталинистый (рис. 25, *л*) излом, отличающийся крупнозернистым строением и образованием на поверхности гладких, блестящих фасеток неметаллического вида [5; 68]. Образуется в инструментальных, главным образом, быстрорежущих сталях в результате повторных нагревов без промежуточного отжига либо при горячем деформировании со значительными (близкими к критической) степенями обжатия предварительно перегретых сталей. Образованию нафталинистого излома соответствует большая хрупкость и значительное (в несколько раз) понижение стойкости инструмента.

Различие по цвету является одним из характерных признаков изломов, связанных со структурой, условиями испытания и, главным образом, легированностью стали. Углеродистые стали имеют серебристый цвет излома, никелевые —

специфический светло-желтый, хромистые — светло-серый. Марганец придает излому стали характерный тусклый, серый цвет. В сложнoleгированных сталях марганец и никель оказывают преобладающее действие на цвет излома [68].

## МИКРОСКОПИЧЕСКАЯ ФРАКТОГРАФИЯ

Микрофрактография дает ценную информацию об особенностях строения изломов в пределах отдельных зерен и субзерен, о микромеханизме процесса разрушения, его связи с элементами структуры и характером силового воздей-

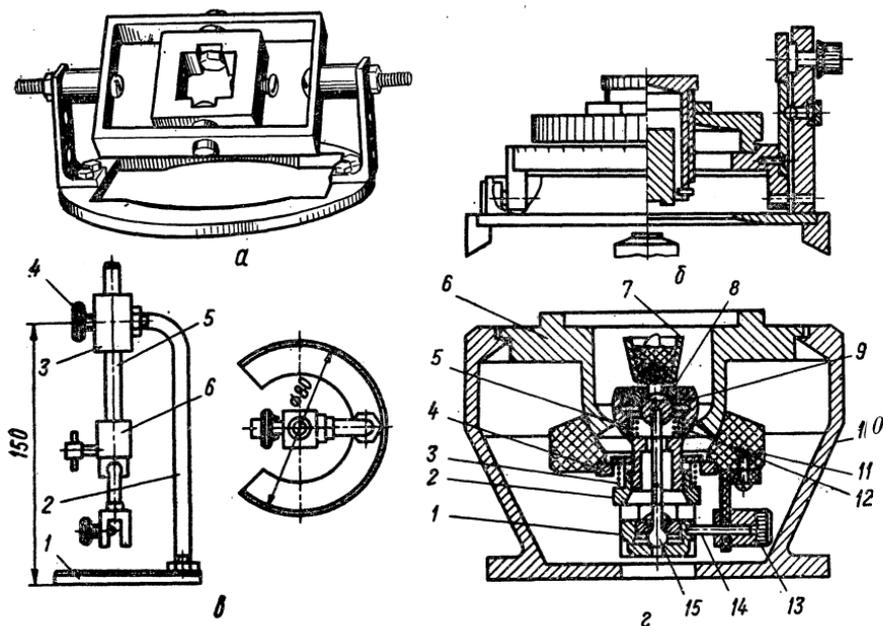


Рис. 26. Приспособления для исследования изломов с помощью светового микроскопа:

*a* — столик Е. С. Федорова; *б* — приставка В. С. Коваленко; *в* — приспособление Н. Н. Поповой; 1 — шайба столика микроскопа; 2 — штатив; 3 — гнездо для подъема державки; 4 — винт; 5 — державка; 6 — поворотное устройство; *г* — головка Г. К. Зеленского.

ствия, позволяет исследовать разрушение как локальный процесс, обусловленный микронеоднородностью металла.

**Световая фрактография.** Основной методической сложностью при работе со световым микроскопом является необходимость тщательной ориентировки исследуемой поверхности излома нормально по отношению к оптической оси микроскопа. Для этого применяют различные приспособления, позволяющие удерживать образец на столике микроскопа и допускающие повороты образца с целью ориентировки исследуемой поверхности излома.

В качестве наиболее простого и достаточно удобного приспособления для изучения изломов в световом микроскопе можно рекомендовать столик Е. С. Федорова (рис. 26, *a*). В. С. Коваленко [27] (рис. 26, *б*) предложил приставку к микроскопу, основные детали которой смонтированы на шайбе, входящей в отверстие столика микроскопа. Н. Н. Поповой (рис. 26, *в*) в качестве держателя образца использован поворотный узел для крепления фотоаппарата к штативу. Образец крепится винтом к головке, установленной на изогнутом штативе.

Г. К. Зеленским [21] (рис. 26, *г*) предложена фрактографическая головка, позволяющая устанавливать исследуемую поверхность излома в нужной плоскости и измерять микротвердость на выбранных фасетках. Образец закрепляется

пластином в обойме 7. Головку 6 помещают на предметный столик микроскопа, совмещая выступы с отверстием столика. Грубая ориентировка фасетки проводится при минимальном увеличении поворотом столика 11 относительно сферической поверхности головки 6. При повороте столика движение передается через стакан 4 и гайку 2 сфере 12, в которой находится образец. После грубой настройки (в диапазоне углов  $\pm 30^\circ$ ) проводят плавную подстройку с помощью гайки 13 и винта 14, перемещение которых передается крышке 1, стержню 15 и обойме 7 с образцом. Регулировка поджима головки 6 со столиком 11 осуществляется за счет поджатия пружины 3 гайкой 2. Аналогично назначению двух других пружин 9 и 5. Поджатие пружин регулируется гайкой 8. Для измерения микротвердости на поверхности излома фрактографическую головку снимают с микроскопа, поворачивают на  $180^\circ$  и помещают в опору 10, которую вместе с головкой ставят на столик микротвердомера.

Исследование изломов в световом микроскопе рекомендуется вести при прямом освещении. Можно несколько усилить контраст изображения за счет чередования света и тени в микрорельефе излома легким наклоном образца. При глубоком рельефе излома и достаточно большом увеличении наблюдение удобно проводить, постепенно меняя фокусировку. Для получения фотоснимков таких изломов можно применять последовательное фотографирование их поверхности на различной глубине, от снимка к снимку перемещая объективы на различную глубину резкости. Затем фотографии монтируют, совмещая участки с резким изображением излома.

Изучение изломов с помощью светового микроскопа проводят чаще всего при увеличениях 300—700 в зависимости от дисперсности кристаллического участка и решаемых задач.

Световая микроскопия позволяет выделить следующие основные характеристики изломов [5; 6; 7]: линейный размер кристаллического участка (фасетки), его одно- или многоплоскостность, ступенчатость; геометрию периметра участка (прямолинейные, криволинейные либо смешанные границы участка). Внешний контур фасетки может классифицироваться как прямоугольный, трапециевидный, лесткообразный или папоротникообразный; наличие систем полосчатости, штриховатости, сдвигов и их размер, количество систем этих линий (прямые, извилистые, линии, переходящие в расщелины, мелкие линии типа штрихов и т. п.); наличие трещин, расщелин и других нарушений сплошности кристаллического участка (расщелины, трещины раскола, расслаивание участка на ряд блоков); состояние поверхности участка (гладкая, шероховатая, сморщенная, рябая и т. п.); строение кристаллического участка (пакетное, характеризующее расположение макроблоков в виде пакетов; иглообразное, когда блоки внешне представляются в виде игл; елочко-дендритное и скелетное, если блоки ориентированы по типу дендрита; лепестковое, когда блоки имеют вид лепестков и др.). Возможно также наличие двух и более видов строения одновременно в данном кристаллическом участке.

Исследование изломов в световом микроскопе позволяет довольно легко различать поверхности межзеренного и внутризеренного разрушения (рис. 27). При межзеренном разрушении видны очертания граней зерна, фасетки имеют матовую поверхность. Внутризеренный излом характеризуется наличием блестящих участков, часто различной формы и дисперсности.

Когда разрушение развивается без заметной пластической деформации по определенной кристаллографической плоскости, внутризеренный излом имеет вид блестящих гладких фасеток, часто образующих систему микрופоверхностей. При разрушении со значительной пластической деформацией наблюдается тонкое волокнистое строение излома с отсутствием рельефной огранки зерен.

Понижение температуры испытания приводит к нарушению сплошности фасеток, раздроблению их на блоки и разрушению внутри зерна по границам блоков. При положительных температурах испытания разрушение в основном развивается по границам зерен или плоскостям спайности.

Световая микроскопия при изучении изломов в связи с малой разрешающей способностью и глубиной резкости служит все чаще для предварительного осмотра микрорельефа поверхности разрушения и выбора участков, интересных для дальнейшего исследования.

**Электронно-микроскопическая фрактография.** Исследование изломов с помощью электронного микроскопа с высокой разрешающей способностью и боль-

шой глубиной резкости позволяет получать весьма точное изображение микро- рельефа при значительных увеличениях [32; 57; 66]. Оптимальными увеличениями при электронно-фрактографических исследованиях считаются 2000—10 000,

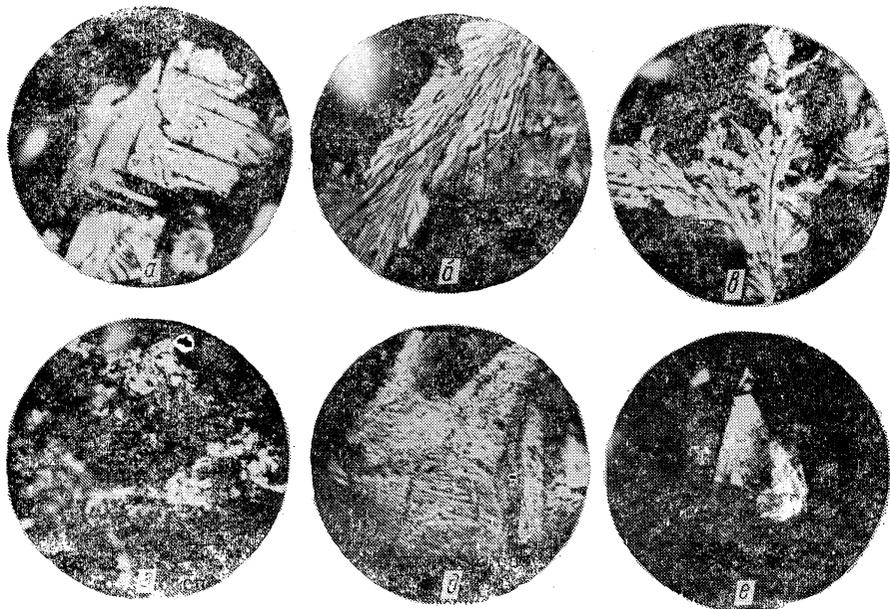


Рис. 27. Фрактограммы внутризеренного (а, б, в, г) и межзеренного (д, е) раз- рывов ( $\times 600$ ; уменьшено в 1,5 раза).

Метод электронной фрактографии предполагает использование просвечиваю- щих и растровых электронных микроскопов. Просвечивающий микроскоп позво- ляет изучать строение изломов косвенным методом, т. е. с помощью копий-от- печатков (реplik), оттененных парами различных металлов (Au, Ag, Cr и др.). Наиболее часто применяют одно- и двухступенчатые реплики. Наибольшее рас- пространение получили угольные в связи с их прочностью, химической инерт- ностью, устойчивостью под электронным пучком и электронно-графической бес- структурностью. Рекомендуемая толщина угольной пленки не более 20 нм регулируется продолжительностью напыления. При соответствующем режиме химического либо электролитического травления при отделении пленки возможно перенесение с излома и сохранение в пленке различных включений (метод экс- тракционных реплик). Экстракционный метод приготовления реплик позволяет с помощью микродифракции проводить кристаллоструктурное исследование включений и оценивать их роль в процессе разрушения. Недостатком химического и электролитического травления является растворение поверхностных слоев металла в изломе и искажение рельефа, что исключает возможность его повтор- ного исследования.

При фрактографических исследованиях широкое распространение получили двухступенчатые реплики целлулоид — углерод. При их изготовлении первичный отпечаток получают на целлулоиде, предварительно размягченном уксусом или другим растворителем. Затем на первичный отпечаток напыляют углерод, металл или закись кремния. Вторичный отпечаток отделяют растворением целлулоида. Этот метод также не лишен определенных недостатков, связанных с поврежде- нием отпечатков при их отделении от поверхности излома с острыми кромками, а также возможным искажением (сглаживанием) рельефа излома на отпечатке.

Существенным преимуществом целлулоидно-угольных реплик является возможность предварительного выбора и вырезки вместе с целлулоидной подложкой интересующих участков реплики и проведения прицельного макро- и микроанализа поверхности разрушения. Предварительно реплики просматриваются и изучаются с помощью светового микроскопа.

С помощью электронного просвечивающего микроскопа возможно также исследование тонких фольг, получаемых с поверхности разрушения, что позволяет сопоставить субструктуру верхнего слоя излома с микрофрактографическими параметрами.

С помощью растровых (сканирующих) электронных микроскопов изучают непосредственно поверхность изломов (без подготовки реплик), что существенно расширяет возможности микрофрактографии, упрощает и сокращает время проведения исследований. Сканирующий электронный микроскоп, наряду с большой глубиной резкости и достаточной разрешающей способностью, открывает возможность непрерывного наблюдения излома при постоянно возрастающем увеличении в широком диапазоне — от 5—50 до 10 000. Имеющиеся приставки к растровому микроскопу позволяют одновременно изучать химический состав поверхности излома и тем самым идентифицировать различные включения и выделения.

Проведение фрактографического анализа на микроуровне позволяет классифицировать исследуемые поверхности разрушения по связи с элементами структуры материала и по механизму разрушения. В первом случае различают внутризеренный излом, образующийся в результате прохождения трещины по телу зерна, и межзеренный, когда преимущественным местом образования и распространения трещины служат границы зерен. Поверхности межсубзеренного разрушения соответствуют поверхностям границ субзерен. Во втором случае различают хрупкий, вязкий, квазихрупкий и усталостный изломы. Образующиеся при этом поверхности внутризеренного и межзеренного излома неодинаковы и имеют характерные морфологические особенности.

Типы поверхностей разрушения, выявляемые методом электронной микроскопии, значительно легче поддаются классификации, чем макроскопическая картина излома, и могут быть сведены к относительно небольшому числу элементов микрорельефа, соответствующих определенным условиям распространения разрушения.

## **ОСНОВНЫЕ ТИПЫ МИКРОРЕЛЬЕФА ИЗЛОМОВ ПРИ ВНУТРИЗЕРЕННОМ РАЗРУШЕНИИ**

**Хрупкий излом.** Хрупкое разрушение металлов сопровождается формированием в изломе поверхностей внутризеренного скола в виде фасеток скола, образующихся в результате разрушения по определенным кристаллографическим плоскостям с минимальной пластической деформацией. Фасетки скола реальных поликристаллических металлов представляют собой не идеально гладкие поверхности, как наблюдается при разрушении монокристалла, а характеризуются определенной структурой. При хрупком разрушении соответственно числу мест зарождения трещины скол распространяется одновременно в нескольких близко расположенных плоскостях (плоскостях спайности). Разрыв промежутков между этими плоскостями при соединении двух поверхностей скола, расположенных на разных уровнях, приводит к образованию ступенек. Ступеньки могут появляться также в результате скола вдоль границ двойников.

Система границ ступенек воспринимается как ручьи́стый узор (рис. 28). Ступени скола всегда объединяются в направлении распространения трещины. Параллельная ориентация ступенек на всех фасетках скола указывает на непрерывный ход фронта трещины. На вид ручьи́стого узора, его разветвленность оказывает влияние микроструктура, границы зерен могут изменять направление разрушения сколом либо служить источником зарождения новых трещин. Пересечение субграницы или границы зерен с малым углом разориентировки кристаллографических плоскостей характеризуется появлением многочисленных ручейков.

Типичным элементом микрорельефа разрушения сколом являются язычки [80], характеризующиеся треугольной или трапециевидной формой (рис. 29). Правильность расположения язычков, пересекающих плоскость скола в двух взаимно перпендикулярных направлениях, свидетельствует об их связи с определенной

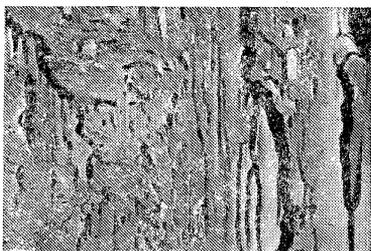
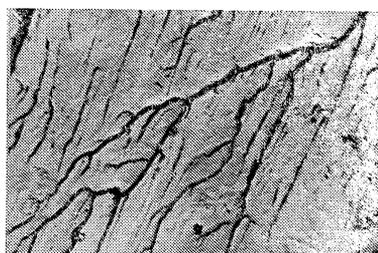
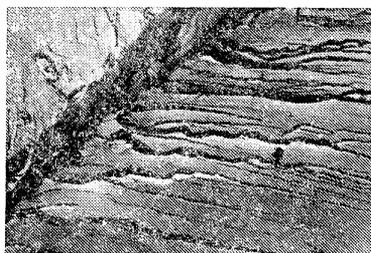


Рис. 28. Микрофрактограммы хрупкого внутризеренного разрушения (ручьистый узор) ( $\times 7000$ ; уменьшено в 2 раза).

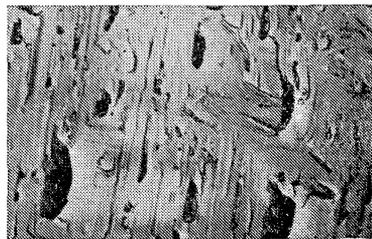
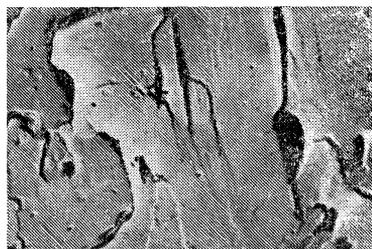


Рис. 29. Микрорельеф излома при разрушении сколом с образованием язычков ( $\times 7000$ ; уменьшено в 2 раза).

кристаллографической плоскостью. Формирование язычков, ориентированных вверх или в глубину от плоскости основного скола, является результатом локального разрушения вдоль поверхности матрица — двойник. Количество язычков увеличивается при быстром распространении трещины (высоких скоростях нагружения, низких температурах). Язычки и ступеньки входят друг в друга на двух сопряженных поверхностях разрушения.

**Вязкий излом.** Микроскопически вязкое разрушение наблюдается, когда деформация, предшествующая разрушению, достаточно велика и происходит в значительном объеме. Основным элементом микрорельефа вязкого разрушения являются ямки, представляющие собой микроуглубления на поверхности излома, формирование которых характеризуется медленным ростом трещины и значительной пластической деформацией. Образование ямок обусловлено возникновением локальных очагов разрушения (микроруптур), их ростом и слиянием (коалесценцией) по нормальному, сдвиговому и внецентренному механизму. Различным условиям коалесценции микроруптур соответствуют различные формы ямок (рис. 30). Равноосные ямки образуются в результате равномерного объемного растяжения в условиях нормального отрыва. При однократном внецентренном приложении растягивающей нагрузки происходит образование параболических вытянутых ямок, направленных в одну сторону на сопряженных поверхностях разрушения образца. В условиях действия касательных напряжений при коалесценции микроруптур по схеме сдвига образуются вытянутые параболические ямки, но ориентированные на сопряженных поверхностях излома в противоположных направлениях.

Ориентированность ямок наблюдается практически во всех изломах. Она не всегда может совпадать с направлением макроразрушения, поскольку отражает направление развития разрушения в данном микрообъеме. В литых материалах ориентированность ямок может наблюдаться в связи с ориентированностью макроструктуры, обусловленной направлением кристаллизации.

На дне ямок могут наблюдаться частицы неметаллических включений и второй фазы либо их следы в виде углублений соответствующей формы (рис. 31). Присутствие этих частиц является одним из условий образования ямочного рельефа излома. Увеличение количества выделений в материале приводит к росту числа центров зарождения микроруптур и уменьшению размеров ямок [57]. Нередко можно наблюдать ямки, форма которых связана с формой включений. Например, в углеродистых сталях вытянутая форма сульфидных включений способствует образованию в местах их скопления вытянутых желобообразных ямок. Включения округлой формы, расположенные цепочкой, образуют направленный ряд ямок. В зависимости от степени когезии частиц с матрицей разрушение может идти либо по поверхности частица — матрица, либо по частице. В первом случае в фокусе ямок наблюдается ложе (место расположения частицы) либо сама частица, во втором — признаки ее хрупкого разрушения. Глубина ямок определяется способностью материала к локальной пластической деформации, а размеры — гетерогенностью структуры и расстоянием между локальными очагами образования микроруптур.

Для высокопрочных материалов характерно значительное количество небольших ямок в изломе, для малопрочных — малое количество крупных ямок [57]. Мелкие, но достаточно глубокие ямки свидетельствуют о благоприятном сочетании высокой прочности и вязких характеристик материала. В ряде случаев на поверхностях вязкого разрушения наблюдаются крупные ямки, окруженные мелкими (рис. 32, а, б). Такой микрорельеф отражает определенную последовательность разрушения: первичное образование надрывов у крупных микроконцентраторов напряжений, вторичное — у более мелких [15]. Неоднородность ямочного рельефа может быть связана также со структурной неоднородностью материала.

Образование ямочной структуры изломов имеет место не только при макропластичном разрушении материалов. Она может наблюдаться в любом из изломов, отражая микромеханизм разрушения в пластичных микрообъемах.

При вязком разрушении, наряду с микрорельефом ямочного строения, встречаются поверхности гладкого расслоения, представляющие собой гладкие, беструктурные участки, если не считать большей или меньшей волнистости поверхности (рис. 32, в, г, д, е). Образование таких поверхностей связано с интенсивной предварительной пластической деформацией и более быстрым по сравнению с ямочным разрушением распространением трещины [57]. Поверхности гладкого расслоения наблюдаются чаще всего в условиях, когда число частиц, способных вызвать образование микроруптур в материале, мало, а деформация материала, предшествующая разрушению, очень велика, и разрушение происходит главным образом в результате среза.

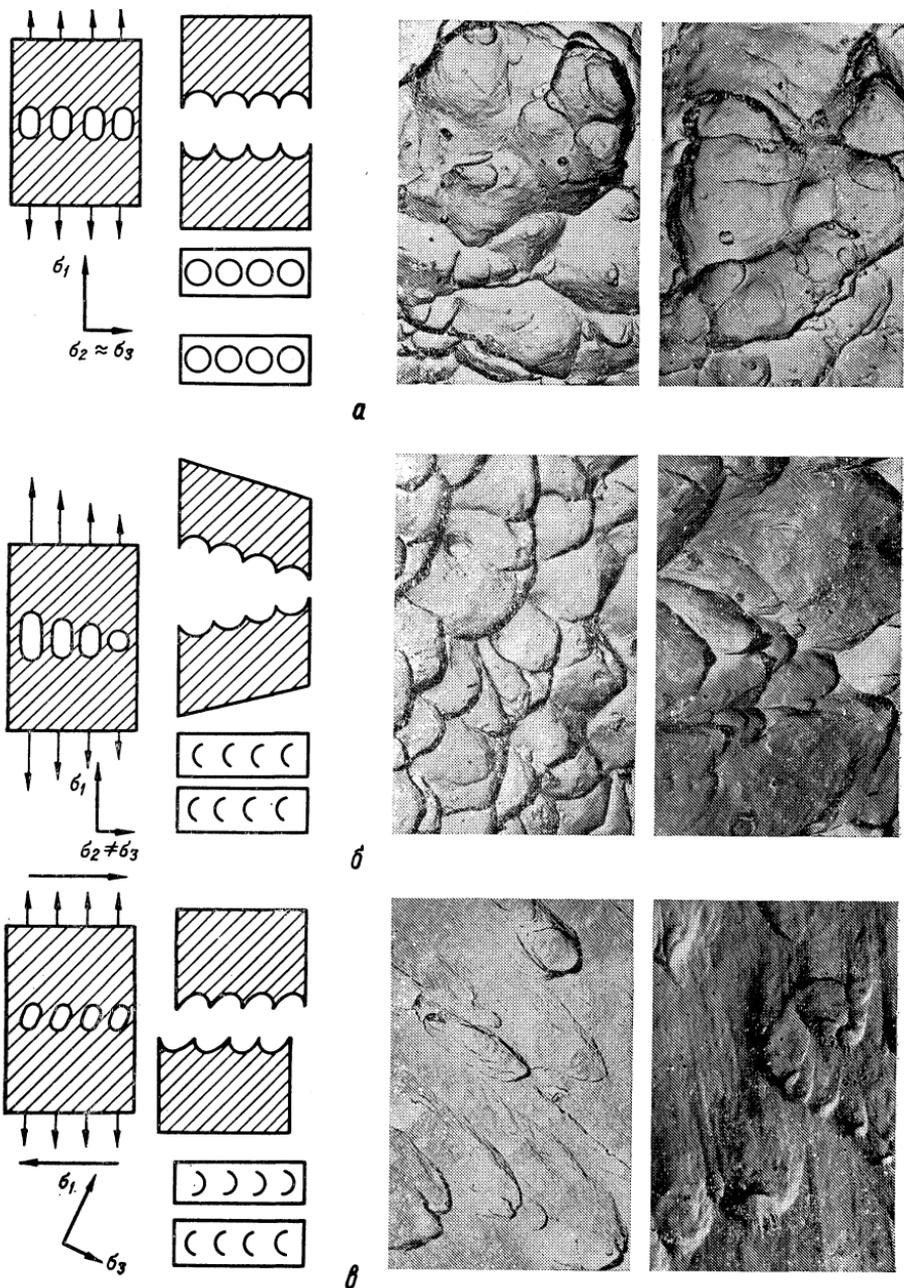


Рис. 30. Ямочный микрорельеф излома и схемы его образования в условиях нормального (а), внецентренного (б) и сдвигового (в) разрушений ( $\times 7000$ ; уменьшено в 2 раза).

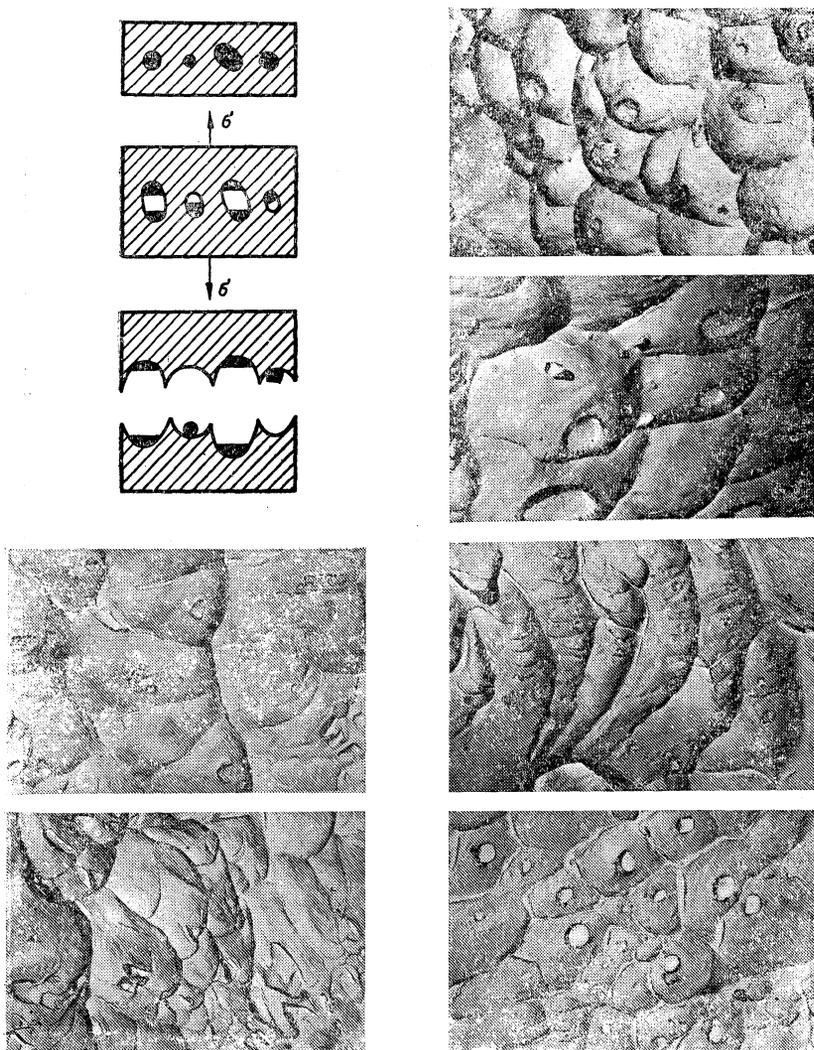


Рис. 31. Схема образования и фрактограммы ямок с неметаллическими включениями ( $\times 7000$ ; уменьшено в 2 раза).

**Квазихрупкий излом.** Помимо элементов микрорельефа, соответствующих чисто вязкому и хрупкому разрушению, при микрофрактографических исследованиях различают поверхности разрушения квазисколом. Указанный микрорельеф представляет собой относительно ровные участки, ориентационно не всегда связанные с плоскостями скола, характеризующиеся признаками хрупкого разрушения и пластической деформации. Разрушение квазисколом происходит путем объединения в единую поверхность участков хрупкого разрушения с участками некоторой пластической деформации. Это обусловлено слиянием многих локальных трещин, расположенных обычно в разных неблагоприятно ориентированных плоскостях скола в отдельных зернах. В результате пластической деформации и разрыва перемычек между трещинами образуются элементы микрорельефа в виде вытянутых высоких гребней и ступеней. Ступеньки входят друг в друга

на ответных поверхностях излома, а гребни, разделяющие ямки, выступают на обеих половинах излома. Особенностью квазискола является довольно дисперсное хаотическое его строение, обусловленное субструктурой, межфазными границами и др. Морфология квазискола (как процесса, подготавливаемого пластической деформацией) может существенно меняться при повышении температуры испы-

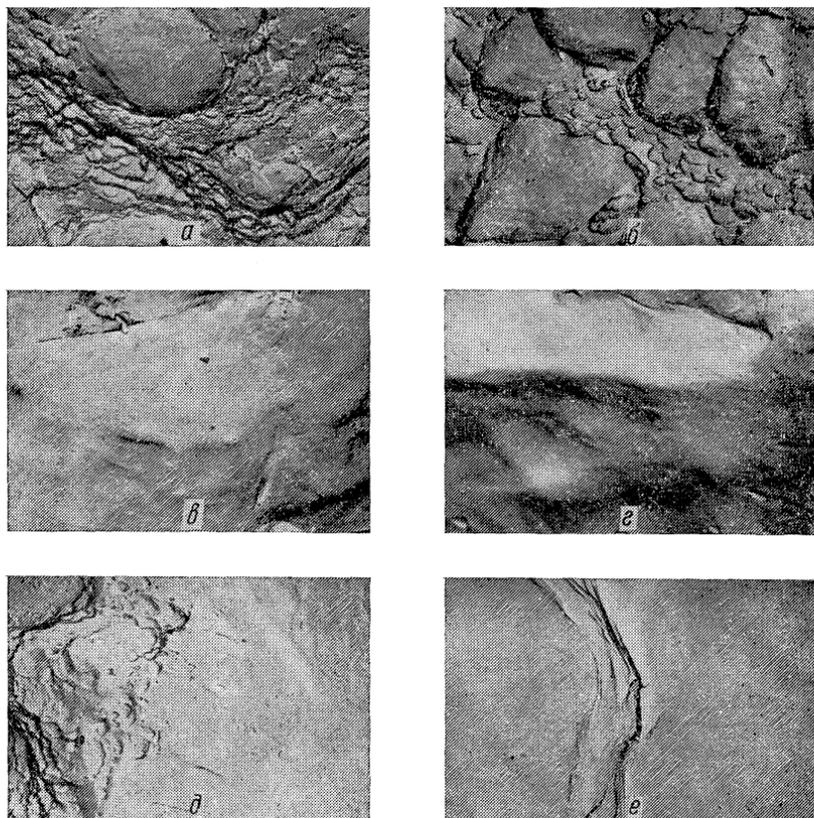


Рис. 32. Микрофрактограммы вязкого разрушения:

а, б — ямки; в, г, д, е — поверхности гладкого расслоения ( $\times 6000$ ; уменьшено в 2 раза).

таний, изменении жесткости нагружения и т. п. Фасетки квазискола часто наблюдаются при разрушении термически упрочненных сталей в интервале вязко-хрупкого температурного перехода.

**Усталостный излом.** При исследовании усталостных изломов могут наблюдаться все элементы микрорельефа хрупкого и вязкого разрушения.

К особенностям микрорельефа усталостного излома относятся усталостные бороздки и траповые следы. Поверхность усталостного разрушения исследуют с учетом особенностей макростроения усталостного излома, характеризующегося наличием зон усталостного развития трещины, переходной и зоны долома. Изучение последних двух зон позволяет получить информацию о характере разрушения и соотношении вклада в его развитие различных микромеханизмов (хрупкого, вязкого, квазихрупкого).

Исследование усталостной зоны проводят с учетом характерных особенностей ее строения и в первую очередь усталостных бороздок.

Усталостные бороздки представляют собой систему повторяющихся углублений и выступов, ориентированных перпендикулярно к направлению развития трещины, и являются следом ее перемещения за каждый цикл нагружения. Усталостные бороздки не обнаруживаются повсеместно в зоне усталостного разрушения, а перемежаются с участками основного микрорельефа. Заметное влияние на их образование могут оказывать условия проведения испытаний (влажность

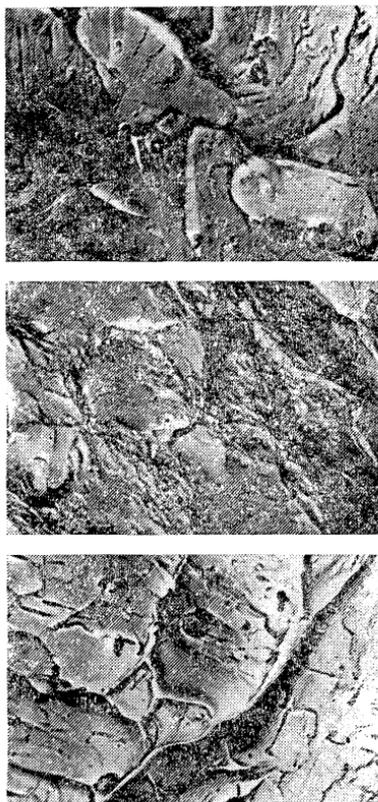
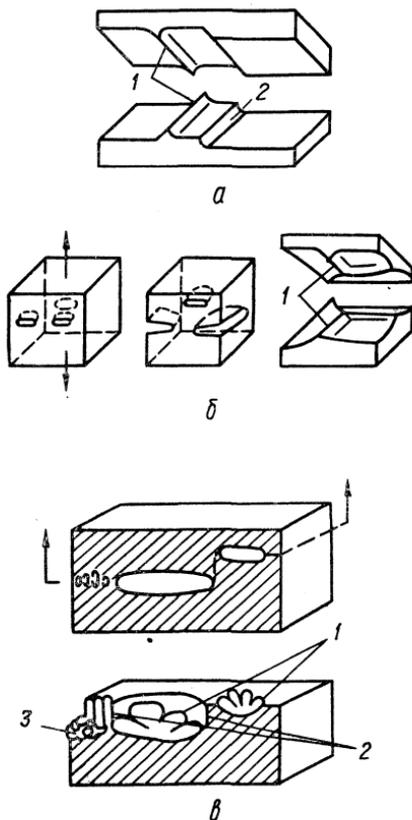


Рис. 33. Микрофрактограммы и схемы образования изломов квазискола ( $\times 6000$ ; уменьшено в 2 раза):

1 — гребень; 2 — ступеньки; 3 — ямки.

атмосферы, вакуум, возможность коррозии и др.). Расстояние между бороздками коррелирует (в среднем диапазоне значений) со скоростью развития трещины и условиями нагружения.

Различают два типа бороздок: вязкие и хрупкие (рис. 33) [35]. Основным признаком изломов с хрупкими бороздками являются ступеньки сброса (террасы), располагающиеся веерообразно и разделяющие области хрупких усталостных борозд на отдельные короткие участки. Хрупкие бороздки встречаются редко, как правило, на изломах высокопрочных алюминиевых сплавов, а также при коррозионном воздействии.

Одна половинка излома хрупкого усталостного разрушения является негативным отображением другой, а вязкого — зеркальным.

Согласно Форсайту, бороздки, образованные по схеме I (рис. 34), относятся к типу хрупких, по схеме II — к типу вязких.

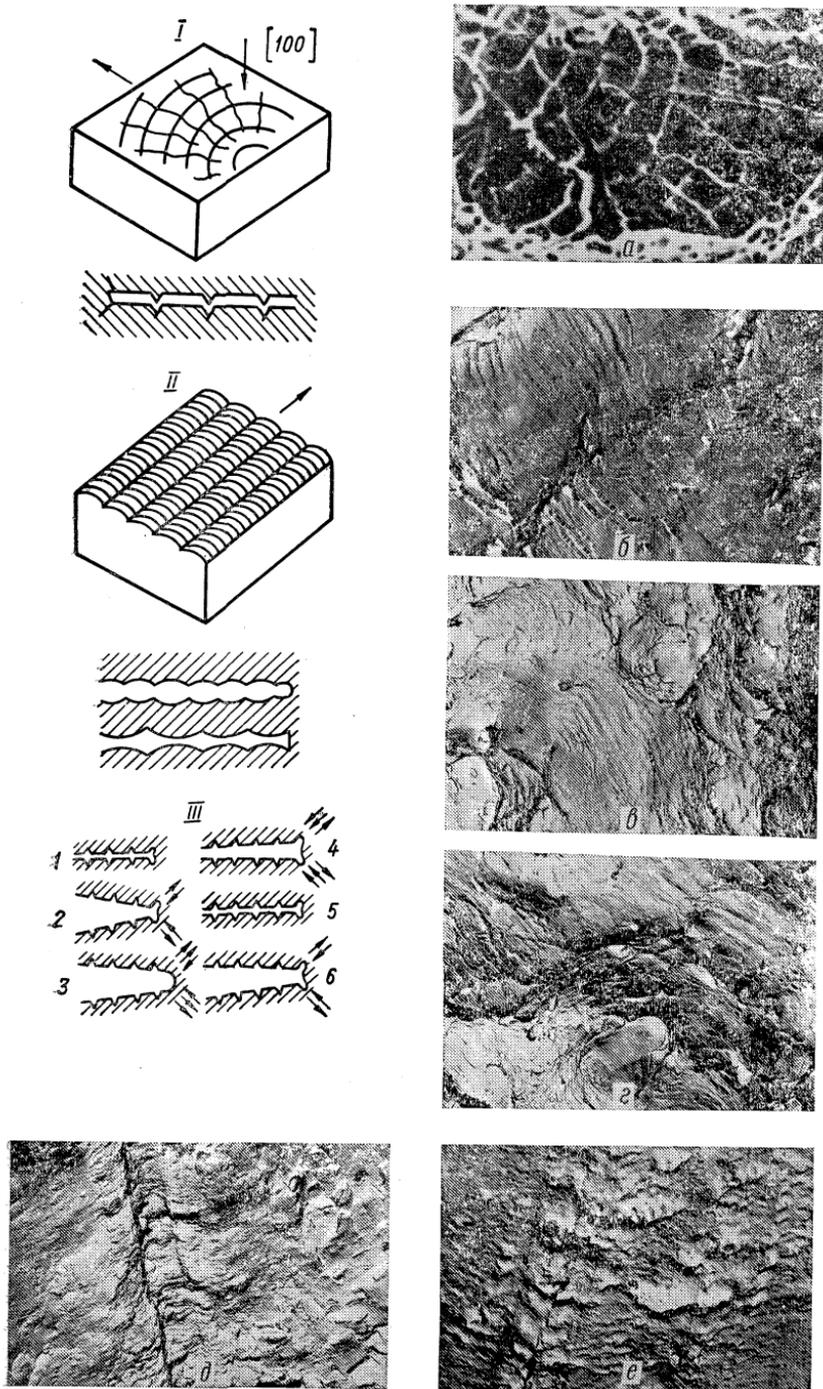


Рис. 34. Микрофрактограммы и схемы усталостного разрушения:

*I, II* — по Форсайту; *III* — по Лэарду и Смигу; *а* — хрупкие усталостные бороздки (РЭМ); *б, в, г* — вязкие усталостные бороздки; *д, е* — траковый след ( $\times 6000$ , уменьшено в 2 раза).

По Лаэрдю и Смиуту (рис. 34, III), «заостренная» в сжимающей части цикла трещина раскрывается во время цикла растяжения, а пластическая деформация, развивающаяся у вершины трещины, инициирует ее распространение в направлении максимальных сдвигающих напряжений. Область пластической деформации перемещается в плоскости трещины, при последующем цикле сжатия происходит разветвление вершины трещины.

Травовые следы (рис. 34, д, е) — характерный элемент микрорельефа усталостного разрушения, образующийся при соприкосновении противоположных поверхностей разрушения как результат воздействия твердых составляющих или частиц включений на соприкасающиеся поверхности излома. Травовые следы располагаются в направлении, совпадающем с направлением распространения трещины, что может быть использовано при анализе усталостных изломов [35].

Часто в структуре усталостных микроизломов наблюдаются ровные участки без какого-либо характерного рельефа, образование которых связывают с разрушением путем отрыва в плоскостях скольжения, ослабленных действием переменных напряжений.

## **ОСОБЕННОСТИ МИКРОРЕЛЬЕФА ИЗЛОМОВ ПРИ МЕЖЗЕРЕННОМ РАЗРУШЕНИИ**

Межзеренное разрушение, т. е. разрушение по границам зерен поликристаллического материала, наблюдается чаще всего при пониженных и повышенных температурах, водородной и отпускной хрупкости, коррозии и усталости. Определяющим условием образования межзеренного излома является низкий уровень сил связи (межзеренной когезии), обусловленный выделениями по границам зерен хрупкой фазы в виде пленки или включений, сегрегацией легирующих элементов, миграцией и локализацией дефектов у границ и т. п. Межзеренные изломы, как правило, относятся к хрупким, учитывая при этом, в первую очередь, низкую энергоемкость разрушения. Если принимать во внимание микромеханизм разрушения, то при образовании межзеренного излома возможна реализация как хрупкого, так и вязкого микромеханизма.

При хрупком межзеренном разрушении (рис. 35) на электронных фрактограммах наблюдаются гладкие площадки скола, часто с частицами охрупчивающих включений (нитридов, карбонитридов, карбидов, сульфидов и др.). С увеличением размеров частиц и относительной площади, занимаемой ими, микрорельеф излома становится более хрупким. Применение небольших увеличений (до 2000) позволяет в ряде случаев наблюдать связь микрорельефа излома с элементами структуры материала. Поверхность межзеренного скола отличается от внутризеренного отсутствием ручьистого узора, что связывают с меньшей возможностью дробления трещины по сравнению с внутризеренным [15].

Фасетки межсубзеренного разрушения в большинстве случаев имеют форму многогранников.

Известны случаи межзеренного разрушения с образованием типичного ямочного микрорельефа излома (рис. 36), например, в аустенитных нержавеющей и жаропрочных сталях и высоколегированных сплавах. Энергетические характеристики образования такого излома, как правило, малы, значительно ниже, чем при внутризеренном разрушении сколом. Реализация механизма ямочного разрушения в данном случае ограничивается микрообъемом материала (незначительным по толщине), прилегающим к границе зерен.

При разрушении литых материалов и перегретых сталей наблюдается микрорельеф поверхностного разрушения в виде мелких плоских ямок (сотовый рельеф), свидетельствующий о малой доле локальной пластической деформации при низкой энергоемкости разрушения (рис. 37).

Из рассмотрения основных видов микрорельефа изломов видно, что хрупкому микромеханизму разрушения соответствуют фасетки внутризеренного и межзеренного скола, ступеньки скола, ручьистый узор, язычки. К особенностям квазискола относятся фасетки квазискола, гребни, ступеньки, язычки. При вязком микромеханизме разрушения основным элементом микрорельефа являются ямки (равноосные и вытянутые), при интенсивной сдвиговой деформации — участки с гладкой или слегка волнистой поверхностью. Усталостное разрушение характе-

ризуется наличием усталостных бороздок, траковых следов. Могут наблюдаться также элементы хрупкого и вязкого разрушения.

Применение фрактографии позволяет определить характер и микромеханизм разрушения, установить местное направление развития разрушения путем отрыва и начальную точку разрушения, исследовать влияние дефектов структуры и

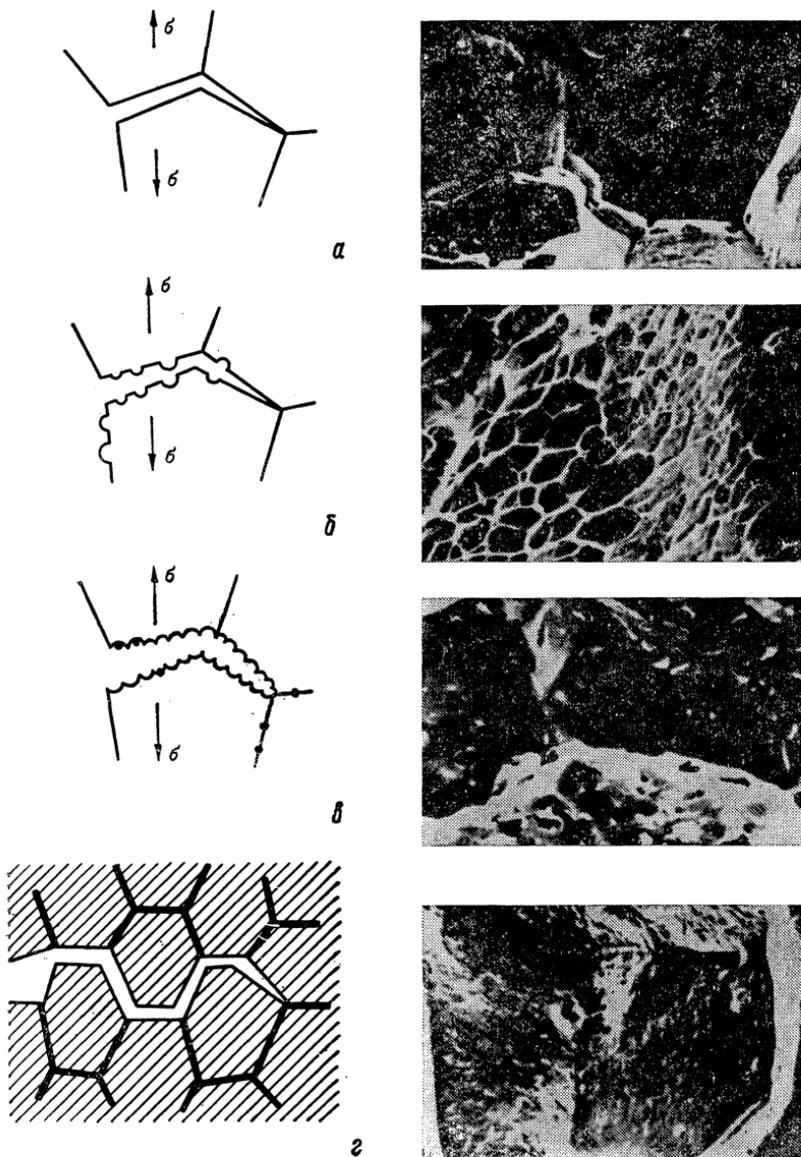


Рис. 35. Межзеренный излом и схемы его образования:

*а* — хрупкий излом; *б* — хрупкий излом с карбидными включениями; *в* — вязкий излом; *г* — разрушение при наличии на границах зерен хрупкой фазы в виде пленки; *а, б, в* — (×1000; уменьшено в 2 раза); *г* — (×3000 (РЭМ); уменьшено в 2 раза).

выделившихся фаз на распространение разрушения. Наличие особенностей строения излома свидетельствует о предшествующей термической обработке, условиях испытания и разрушения. В некоторых случаях микрофрактография позволяет получить косвенные сведения, касающиеся плотности дислокаций, энергии упа-

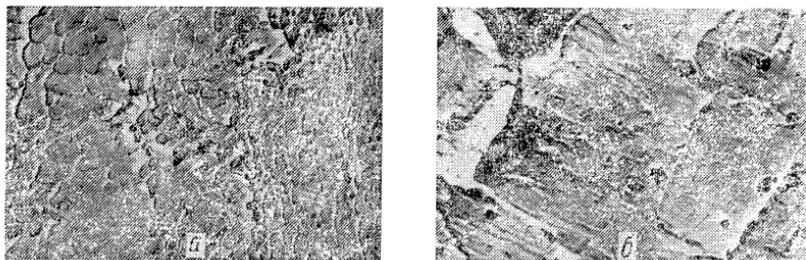


Рис. 36. Микрофрактограммы межзеренного вязкого (а) и хрупкого (б) разрушений ( $\times 7000$ ; уменьшено в 2 раза).

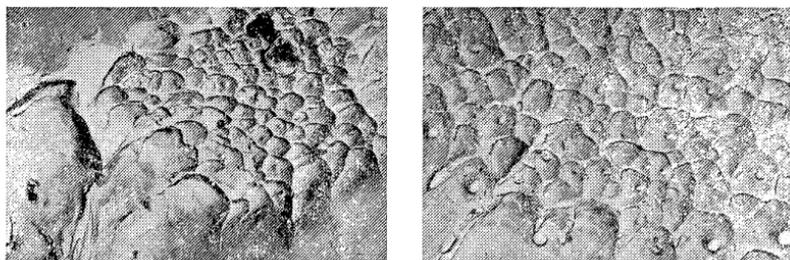


Рис. 37. Сотовый рельеф на микрофрактограммах стали 18ХГНМФЛ ( $\times 7000$ ; уменьшено в 2 раза).

ковки и структуры границ зерен. Микрофрактография является развивающимся методом тонкого морфологического изучения поверхностей разрушения и может быть применена для решения многих металлургических задач.

## Глава VI

### ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА СЛИТКА

#### ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Процесс отливки и формирования слитков сопровождается одновременным протеканием большого количества теплофизических, гидродинамических, химических и других процессов. На качество стальных слитков оказывают влияние температура и скорость разливки, химический состав, усадка и пластические свойства стали, форма и размеры слитка, условия распределения турбулентных полей внутри отливаемого слитка, характер протекания процесса ликвации и процессов выделения неметаллических включений в слитке.

Совершенствование технологии разливки и внепечной обработки стали в конечном итоге сводится к изменению следующих факторов, определяющих качество слитка и готовой стали: содержания примесей, в том числе газов; условий теплоотвода для всего слитка или его части; количества твердых частиц (возможных центров кристаллизации) или поверхностно-активных добавок. Сравнительная характеристика должна состоять в сопоставлении количественных критериев, оценивающих то или иное свойство слитка, закономерно связанное с качеством готовой стали.

Топография макродефектов, дендритная структура и связанная с ней дендритная неоднородность, зональная ликвация углерода и серы, количество кислорода и неметаллических включений и распределение их в слитке являются такими органическими свойствами слитка, которые отражают условия обработки и кристаллизации слитка и преемственно связаны с качеством готовой стали.

Основной причиной потерь металла на пути от слитка к заготовке является неоднородность металла в слитке, его химического состава, кристаллического строения и физико-механических свойств. С увеличением массы слитка химическая и структурная неоднородность проявляется в большей степени, вследствие чего возрастает брак готового проката.

Слиток следует изучать по программе, указывающей схему разрезки слитка и заготовки, способ отбора проб для различных определений и рекомендуемой методике выявления и определения характеристик и пороков слитка. При исследовании слитка стали в описании необходимо привести характеристики процесса производства металла исследуемого слитка и его разливки.

При плавке спокойной стали следует указать полные анализы металлов и шлака сразу после окончания расплавления, перед скачиванием шлака, после добавки ферросплавов и раскислителей. При плавке

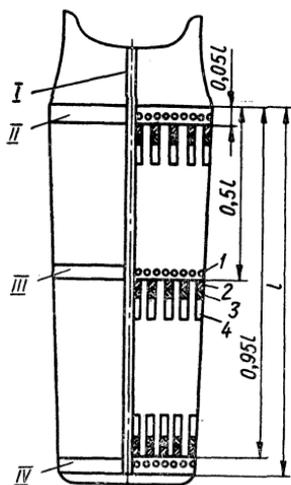


Рис. 38. Схема разрезки плиты из слитка для проведения исследований:

1 — места отбора стружки для химического анализа; 2 и 3 — места отбора образцов для металлографического анализа; 4 — места отбора металла для неметаллических включений.

кипящей стали необходимо иметь данные о степени окисленности ванны и температуре металла в различные моменты плавки, анализ металла и шлака после полного расплавления, перед дачей ферромарганца и перед выпуском плавки. При разливке сверху указывают среднюю скорость разливки слитка, диаметр стакана, общую продолжительность разливки всей плавки, температуру разливки слитка и каким по порядку разливки является исследуемый слиток. При разливке сифоном в паспорте слитка указывают температуру струи при заливке сифона, продолжительность разливки, количество изложниц в сифоне и положение исследуемого слитка.

При выборе слитка для исследования его, прежде всего, осматривают с целью описания поверхности, которая оценивается по площади, занимаемой поверхностными дефектами, подлежащими вырубке. Например, для хромоникелевой стали принята следующая разбивка слитков по группам:

поверхность без дефектов — обозначение «К» (качественная сталь); группа I — площадь неглубокой вырубki до 40 см<sup>2</sup>, считая суммарную площадь вырубki по всем сторонам слитка; группа II — площадь вырубki 40—80 см<sup>2</sup>; группа III — площадь вырубki 80—120 см<sup>2</sup>; группа IV — площадь вырубki больше 120 см<sup>2</sup>; к группе V относятся слитки с глубокими свищами..

При описании поверхности слитка указывают наличие продольных и поперечных трещин, их местоположение, размеры; раковин, их величину, количество, площадь, занимаемую ими на поверхности слитка; плен, заворотов, заливин, их толщину и площадь и т. д.

После описания поверхности слитка его подготавливают к разрезке. Общими для всех применяемых схем являются вырезка продольной плиты (I) параллельно узкой грани слитка и трех поперечных плит (II, III, IV) на высоте 5, 50 и 95 % от головы слитка длины *l* (рис. 38). Иногда можно ограничиться только продольной плитой, вырезав из нее все необходимые образцы для исследования. Если продольную плиту из крупного слитка нельзя вырезать на станке или огневым методом, то просверливают или прожигают кислородом ряд дыр диаметром 35—50 мм на  $\frac{3}{4}$  ширины слитка, параллельно его узкой стороне, и взрывом

аммонала (во взрывной яме) разделяют слиток пополам. В этом случае ограничиваются строжкой и травлением половины слитка, а затем уже готовят поперечные темплеты. При огневой разрезке оставляют припуск на обработку 10—15 мм. При меньшем припуске после шлифовки путем травления азотной кислотой контролируют, удален ли слой, на который распространилось влияние огневой резки.

При вырезке продольной пластины место реза выбирается так, чтобы после удаления припуска на строжку и шлифовку поверхность пластины была расположена строго в осевой плоскости пластины. Толщина продольной пластины после строжки и шлифовки должна составлять 15—20 мм. Продольные пластины служат для получения отпечатка по Бауману, оценки макроструктуры и определения неоднородности состава путем высверливания стружки для химического анализа. Из поперечных темплетов вырезаются образцы для исследования содержания газов и неметаллических включений, дендритной структуры и микроструктуры, определения плотности стали и других характеристик.

## МАКРОСТРУКТУРА СЛИТКА

После строжки и шлифовки продольной плиты на ней отмечают размеры усадочной раковины, наличие мостов, профиль усадочной раковины (открытая, симметричная, наклонная и т. д.); наличие, расположение, величину и характер крупных неметаллических включений (макровключений), видимых невооруженным глазом; присутствие трещин и иных нарушений сплошности металлов.

После этого снимаются отпечатки по Бауману для оценки распределения серы в слитке.

Для сталей с высоким содержанием серы и фосфора вместо отпечатков по Бауману можно сделать отпечатки по Ройену и Аммерману. Отпечаток получается на бромосеребряной бумаге, предварительно отфиксированной и тщательно промытой, которая погружается затем на 2 мин в раствор из 100 мл воды, 10 г хлорной ртути и 20 мл соляной кислоты плотностью 1,12. Пропитанная этим раствором желатиновая бумага накладывается на плиту на 3—5 мин, затем снимается с нее, легко протирается ваткой и промывается в проточной воде. При получении отпечатка по способу Баумана сера оставляет темные следы сульфида серебра (от действия сероводорода), а фосфор — фосфида серебра (от действия фосфористого водорода). При отпечатке по методу Ройена и Аммермана сера дает на бумаге черный сульфид ртути, а фосфор — лимонно-желтый фосфид ртути, т. е. распределение серы и фосфора может быть выявлено в отдельности.

После изготовления отпечатка по Бауману плиту подготавливают к макротравлению. В целях экономии травящих реактивов на краях больших плит делают валики высотой 25—35 мм из пластилина или какого-либо другого кислотоупорного вещества, пластичного при обычной температуре или при подогреве. В такую «ванночку» наливается холодный либо подогретый травящий раствор. Макроструктура выявляется обычно применяемыми реактивами. Наиболее часто для травления используется нагретый до 60—80 °С 50%-ный раствор соляной кислоты. В результате травления хорошо выявляются различные нарушения сплошности металла, а также дендритная структура. Макродефекты, а также дендритная и зернистая структуры углеродистых и ряда легированных сталей хорошо выявляются также в 15%-ном растворе персульфата аммония.

Обычно структура слитка спокойной стали характеризуется наличием поверхностного слоя мелких кристаллов, зоны столчатых кристаллов, внутренней зоны различно ориентированных кристаллов, конуса мелких неориентированных кристаллов внизу слитка (конуса осаждения) и «моста» плотного металла в верхней части слитка из хорошо сформированных крупных неориентированных кристаллов [26]. В зависимости от условий кристаллизации и химического состава стали структурные зоны могут иметь разную степень развития, при этом отдельные зоны могут быть либо интенсивно развиты, либо вовсе отсутствовать.

В строении слитка кипящей стали обычно выделяют пять зон кристаллизации: 1) плотная корковая зона, состоящая из тонкого наружного слоя мелких различно ориентированных кристаллов; 2) зона сотовых пузырей, характеризующаяся равноосными зернами; 3) зона вторичных пузырей, также имеющая равноосное зернистое строение; 4) промежуточная плотная зона, расположенная между сотовыми и вторичными пузырями, также кристаллизующаяся неориенти-

рованными дендритами; 5) центральная зона слитка, состоящая из более крупных равноосных дендритов. В описании макроструктуры слитка должны быть указаны размеры каждой из структурных зон слитка.

## ДЕФЕКТЫ СЛИТКА

Химическая неоднородность в реальных сплавах проявляется в связи с неравновесными условиями их затвердевания. Различная растворимость химических элементов в жидком и твердом металле обуславливает избирательную кристаллизацию и постепенное изменение состава затвердевающего металла в температурном интервале кристаллизации. Наличие ликвационной неоднородности отчетливо проявляется на отпечатках по Бауману, на которых помимо выявления структурных зон четко обнаруживаются скопления примесей под усадочной раковинной (прежде всего, серы), участки V-образного типа в осевой зоне слитка и участки чередующихся полос или отдельных штрихов в конусообразной области между столбчатыми кристаллами и осевой зоной слитка, так называемая  $\Lambda$ -образная неоднородность, или усы. Все эти локальные скопления присущи отдельным зонам и характеризуют зональную неоднородность слитка.

В стали с повышенным содержанием алюминия развивается пятнистая ликвация, располагающаяся преимущественно в верхних горизонтах тела слитка и в прибыли. В слитках, пораженных газовыми пузырями любого типа, возникает газовая ликвация, выражающаяся в повышенном содержании примесей в металле, смежном с газовым пузырем.

Основным методом определения химической неоднородности является химический анализ стружки, взятой из локальных мест слитка, в которых на основании отпечатков по Бауману и данных макроструктуры ожидается максимальная и минимальная ликвация. Стружка высверливается сверлом диаметром не более 5 мм. В каждой ликвационной точке сверлится несколько отверстий, причем при выборе этих точек следует руководствоваться картиной ликвации в слитке.

Зональная неоднородность сопровождается нарушением кристаллической структуры и полным или частичным заполнением этих мест маточным раствором. В последнем случае нарушения структуры приводят к образованию физической неоднородности, ярким проявлением которой являются осевая и внеосевая пористость, образующаяся в результате усадки металла в условиях недостаточности питания. Зональную ликвацию подразделяют на прямую и обратную.

При прямой ликвации поверхностные зоны слитка обогащены элементом, повышающим температуру плавления сплава, а центральные зоны — элементом, понижающим эту температуру. При обратной ликвации наблюдается обратная закономерность. Существует также ликвация по плотности, которая проявляется в химической неоднородности по высоте слитка.

Из жидкого раствора первыми выделяются кристаллы, имеющие наибольшее содержание элемента, понижающего температуру плавления. В процессе кристаллизации жидкий раствор обогащается этим элементом. По мере развития кристаллизации в результате конвективного движения при затвердевании слитка участки, затвердевающие в последнюю очередь (осевая зона), оказываются обогащенными элементами, понижающими температуру плавления сплава, т. е. наблюдается прямая ликвация. Чем быстрее охлаждается слиток или отливка, тем в меньшей мере выравнивается химический состав жидкой фазы в процессе кристаллизации и тем менее выражена прямая ликвация по сечению отливки. Такая зависимость проявляется обычно только в определенном диапазоне скоростей охлаждения, различном для различных сплавов. При очень малой скорости охлаждения при практически одновременной кристаллизации по всему объему зональная ликвация не наблюдается.

Степень развития зональной ликвации зависит от ширины температурного интервала затвердевания сплава. Чем шире интервал кристаллизации сплава, тем при прочих равных условиях больше степень проявления зональной ликвации. Поэтому при кристаллизации железных сплавов наиболее сильно ликвируют такие элементы, как углерод, сера, фосфор, которые, судя по бинарным системам, наиболее сильно увеличивают температурный интервал кристаллизации этих сплавов.

Обратная ликвация наблюдается при кристаллизации многих сплавов, затвердевающих с образованием непрерывного ряда твердых растворов, особенно меднооловянных, медноцинковых и различных алюминевых. Обратная ликвация наблюдается только при интенсивном охлаждении отливки, когда имеет место сильно развитая столбчатая кристаллизация. Хотя явление обратной ликвации достаточно распространено и имеет практическое значение, надежной теории для объяснения этого явления до настоящего времени не имеется.

Ликвация по плотности возникает тогда, когда образующиеся кристаллы твердой фазы значительно отличаются по плотности от жидкой фазы и в процессе кристаллизации либо оседают на дно, либо всплывают наверх. Ликвация по плотности выражена тем сильнее, чем больше разница в плотности жидкой и твердой фаз, чем шире межкритический интервал температур кристаллизации и чем медленнее ведется охлаждение. Ускоренное охлаждение и перемешивание жидкого раствора перед отливкой и в процессе кристаллизации препятствует развитию ликвации по плотности.

Одним из наиболее важных и сложных процессов, определяющих механические свойства литого металла, является процесс развития неоднородности в объеме дендрита. Это проявляется в различии концентраций примесей по сечению ячеек дендритов, вызванным разной растворимостью примесей в жидком и твердом состояниях, и процессом разделительной диффузии растворимых примесей. Наблюдается преимущественная диффузия примесей в межосное пространство, вследствие которой оси дендритов имеют состав, сильно отличающийся от состава междендритных участков. Обобщенные материалы, выражающие конкретные значения дендритной неоднородности для различных элементов стали, приведены в табл. 20 [14].

Особенности дендритной структуры, образующейся при кристаллизации стального слитка, влияющие на свойства стали, весьма устойчивы при последующих переделах и содержат информацию об особенностях процесса затвердевания. Поэтому количественная оценка дендритной структуры позволяет решать ряд практических и теоретических вопросов, связанных с процессами кристаллизации.

В работе [19] приведена зависимость расстояния между осями дендритов второго порядка от скорости затвердевания (рис. 39), однако этого показателя для характеристики дендритной структуры явно недостаточно. Авторами работ [8; 51] предложены критерии дендритной структуры (плотность, дисперсность) и методы их определения на основе количественной металлографии, обеспечивающие малую погрешность определения и хорошую воспроизводимость результатов. Количественная оценка дендритной структуры позволяет не только сравнивать относительное действие различных факторов кристаллизации, но и определять оптимальные пределы влияния того или иного фактора.

Количество, форма и характер распределения неметаллических включений в стальном слитке так же, как и дендритная структура, определяются условиями кристаллизации, ощутимо реагируют на изменение сталеплавильной технологии, сохраняются при последующих переделах и оказывают влияние на свойства стали.

Так как основным источником оксидных включений является кислород, а сульфидных — сера, естественно предположить, что распределение неметаллических включений определяется характером сегрегации в слитке серы и кислорода. Поэтому пробы для определения неметаллических включений в слитке должны отбираться с учетом данных о химической неоднородности этих элементов. (Методы определения количества неметаллических включений в литом металле изложены выше). Для исследований выбирается метод или комплекс методов оценки природы, количества, формы и распределения неметаллических включений в зависимости от поставленной перед нами задачи. В слитке спокойной стали нижняя часть обогащена оксидными и силикатными включениями, размер которых существенно выше, чем включений, например, в средней части слитка [19; 26; 79]. В верхней, подприбыльной, части также наблюдаются крупные оксидные включения, близкие по размерам к расположенным в «конусе осадения». Сульфидные включения сосредоточиваются в центральной, преимущественно в подприбыльной части слитка, а также в местах расположения внеосевой ликвации. Одновременно к центру слитка возрастает и средний диаметр сульфидных включений.

## 20. Степень дендритной неоднородности различных элементов в стали

Элемент	Сера	Фосфор	Углерод	Вольфрам	Мышьяк	Ванадий
Фактическая степень дендритной неоднородности, %	150—200	100—150	45—60	60—70	40—60	30—50

Продолжение табл. 20

Элемент	Молибден	Кремний	Хром	Марганец	Никель
Фактическая степень дендритной неоднородности, %	25—45	17—23	17—23	12—18	0—10

Весьма отчетливо выявлена связь между распределением включений и кристаллическим строением слитка. Загрязненность отдельных кристаллических зон включениями не одинакова, т. е. при переходе от одной кристаллической зоны к другой наблюдается изменение числа, размеров и химического состава включений.

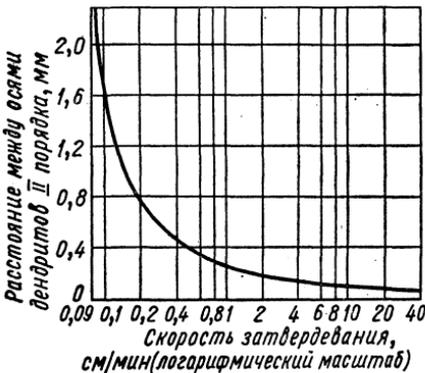


Рис. 39. Зависимость расстояния между осями дендритов второго порядка от скорости затвердевания.

Качество стальных изделий определяется наличием дефектов, имеющихся в слитке, и дефектов, образующихся в процессе последующего его передела. Дефекты макроструктуры, внутренние дефекты слитка часто сохраняются и после горячей обработки давлением.

Часть дефектов макроструктуры связана с физическими условиями кристаллизации слитка — после затвердевания наружных слоев внутренние объемы металла находятся еще в жидком состоянии. Дефекты макроструктуры слитка типа усадочных трещин появляются, когда последние порции металла приобретают способность сопротивляться действию растягивающих сил, т. е. находятся в твердо-жидком состоянии. В сталях с низкими пластическими свойствами в двухфазном состоянии растягивающие усилия, возникающие вследствие усадочных явлений, вызывают внутри слитка трещины. В сталях, имеющих широкий интервал затвердевания и обладающих высокими пластическими свойствами, появляются усадочные пустоты и рыхлость [19]. Внутренние трещины являются следствием торможения усадки внутренних объемов металла и возникающих при этом напряжений. Образование этих трещин усиливается вследствие ликвации и выделения по границам зерен цепочек сульфидов или других элементов, снижающих пластичность стали. Для борьбы с горячими трещинами необходимо обеспечить слитку достаточное питание жидким металлом из прибыли и добывать глобулярного расположения сульфидов. Напряжения и горячие трещины внутри слитка уменьшаются при замедленной кристаллизации.

Макротрещины в некоторых легированных марках стали появляются при низких температурах, когда в слитке возникают разрывные усилия. Образование

микротрещин усиливается при дендритной ликвации и отложении по границам зерен карбидов, сульфидов, выделении водорода и других неметаллических элементов. Получающиеся при остывании малопластического металла трещины в слитках дают начало внутренним разрывам в самом начале прокатки [62].

Холодные трещины являются результатом разрядки внутренних напряжений. При перепаде температур между поверхностью и центральными участками слитка около 350—400 °С внутренние слои будут дополнительно сокращаться, а возле дефектов усадочного происхождения возникают такие разрывающие усилия, которые вызывают хрупкое разрушение внутренних слоев стали в виде тонких холодных трещин. Поэтому они обычно располагаются радиально на внутренних участках слитка, ослабленных усадочной рыхлостью, или в районе усадочной раковины. Для устранения холодных трещин необходимо иметь плотную макроструктуру и сосредоточенную усадочную раковину. Кроме того, увеличение сопротивления отрыву успешно достигается путем увеличения расхода алюминия, применяемого для раскисления стали.

В слитке наблюдаются также дефекты, связанные с повышенной загрязненностью стали неметаллическими включениями, прежде всего, экзогенного происхождения. Экзогенные включения в виде частичек шлака и огнеупоров всплывают в прибыльную часть слитка. Мелкие шлаковые включения при разливке перемещаются с металлом и остаются внутри слитка. При прокатке такие включения вытягиваются и вызывают ослабление отдельных участков слитка.

Если внутри прокатываемого металла имеются трещины, заполненные шлаком и крупными неметаллическими включениями, то при прокатке эти включения раздавливаются и образуют расслодку, мешающую свариванию стенок трещин, вследствие чего получается расслоение металла [62]. Повышение температуры разливки и снижение вязкости стали способствуют уменьшению количества неметаллических включений в слитке.

Обнаруживаемые в донной части слитка включения в сочетании с участками относительно чистого железа возникают от засыпки прибыльной части слитка люнкеритом, в состав которого входят грубая прокатная окалина и алюминий. В результате образуется металл, обедненный примесями, который вследствие большой плотности опускается вместе с запутавшимися в нем частичками шлаковой корки и оседает в донной части слитка [19].

В донной части слитка обнаруживаются иногда так называемые белые пятна. Они представляют собой металл с низким содержанием углерода и серы, загрязненный неметаллическими включениями типа алюмосиликатов. Этот дефект присущ сифонному способу разливки при низкой жидкотекучести стали. Он образуется благодаря быстрому застыванию первых загрязненных порций металла на массивном дне изложницы. Устранению его способствуют все те средства, которые повышают жидкотекучесть стали, особенно повышение ее температуры и скорости разливки.

Дефекты типа скворечник, усадочная и осевая пористость, пятнистая ликвация, ликвационный квадрат и некоторые другие описаны в гл. I.

## **ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ СЛИТКА, ПОЛУЧЕННОГО НА МНЛЗ**

При исследовании качества непрерывного литья установлено, что во всех случаях непрерывно-литой слиток имеет более высокую степень однородности в связи с этим более узкий предел в разбросе свойств [26; 58]. Специальные условия кристаллизации непрерывно-литого слитка (сравнительно большое поперечного сечения и большая скорость охлаждения) определяют его структуру и свойства. В слитке выявляются три основные зоны кристаллизации: столбчатая и осевая с неориентированными кристаллами толщиной 4—6 мм и центральная с мелкими неориентированными кристаллами.

Корковая мелкозернистая зона у непрерывно-литого слитка более развита, чем у равноосных кристаллов значительно меньше, чем у слитков, отлитых в стальной ковш. Кристаллы столбчатой зоны непрерывно-литого слитка более развиты, чем у слитков, отлитых в стальной ковш. Кристаллы столбчатой зоны непрерывно-литого слитка более развиты, чем у слитков, отлитых в стальной ковш. Кристаллы столбчатой зоны непрерывно-литого слитка более развиты, чем у слитков, отлитых в стальной ковш.

связано с направлением теплоотвода и расположением теплового центра — источника питания фронта затвердевания жидкой сталью [58].

Соотношение размеров структурных зон непрерывно-литого слитка зависит от его химического состава, сечения и технологических параметров разливки. На макроструктуру слитков влияют температура и скорость разливки: чем горячее разлитый металл, тем шире зона столбчатых кристаллов.

Оптимальной первичной структурой непрерывно-литого слитка является структура с ограниченной зоной транскристаллитов и развитой зоной равноосных глобулярных кристаллов. Такая структура сопровождается рассредоточением усадочной пористости на относительно большой объем затвердевающего металла в виде мелких пор с незначительными следами химической неоднородности, легко заваривающихся в процессе горячей механической обработки.

Макроструктура непрерывно-литого слитка оценивается по ОСТ 14-4-73, который предусматривает оценку дефектов макроструктуры (осевой рыхлости; осевой химической неоднородности; осевых трещин; трещин и ликвационных полосок, перпендикулярных к узким и широким граням слитка; гнездообразных трещин, точечной неоднородности, поверхностного науглероживания) по 4-балльной системе путем сравнения со шкалами стандарта.

Осевая рыхлость может проявляться в виде рассеянной пористости, представляющей собой отдельные усадочные пустоты, либо в виде сосредоточенной пористости. Сосредоточенная пористость обычно обнаруживается при развитой столбчатой структуре, а рассеянная — при развитой зоне равноосных и ограниченной зоне столбчатых дендритов [58].

Непрерывные заготовки очень склонны к образованию трещин. На поперечных темплетах прямоугольных слитков углеродистой стали при высокой интенсивности вторичного охлаждения всей или части периметра наблюдаются внутренние трещины следующих видов: перпендикулярные узким или широким граням; по углам слитка, располагающиеся по стыкам кристаллов, растущих от широких и узких граней; осевые, располагающиеся в районе встречи фронтов затвердевания.

Для ликвидации трещин первого вида необходим такой режим вторичного охлаждения, который обеспечивает постоянство температуры по высоте слитка. Ликвидация трещин второго вида достигается снижением интенсивности охлаждения углов и равномерностью охлаждения слитка по периметру, исключая появление ромбичности. Осевые трещины получаются при разогреве наружных слоев после смывания фронтов затвердевания, их ликвидация обеспечивается созданием оптимальных температурных и скоростных условий разливки.

На поверхности непрерывно-литых заготовок часто обнаруживаются трещины небольшой протяженности, сходящиеся в одной точке, называемые сетчатыми, или паукообразными. Основной причиной возникновения глубокозалегающих трещин является медь стенок кристаллизатора, попадающая в процессе непрерывной разливки на поверхность слитка [12]. Для борьбы с сетчатыми трещинами при отливке непрерывно-литых заготовок необходимо изолировать медь кристаллизатора от поверхности слитка или снизить до минимума напряжение в поверхностном слое слитка.

Непрерывно-литая заготовка имеет преимущество по сравнению со слитком, отлитым в изложницу: высокую структурную и химическую однородность непрерывного слитка по высоте, обусловленную сохранением постоянных условий затвердевания слитка на всей его длине.

Большой интерес представляет изучение дендритной неоднородности в непрерывно-литом слитке. Степень дендритной неоднородности увеличивается от поверхности слитка к центру в основном за счет обогащения межосных участков. Состав осей практически постояен [58]. Степень дендритной неоднородности от поверхности к центру слитка изменяется неравномерно. Значительное ее возрастание наблюдается в столбчатой зоне; в зоне равноосных кристаллов степень дендритной неоднородности изменяется менее заметно.

На увеличение степени дендритной неоднородности от периферии к центру слитка может влиять изменение температурного интервала кристаллизации. По удалению фронта затвердевания от стенок кристаллизатора температурный интервал кристаллизации возрастает и ширина зоны твердо-жидкого состояния расширяется. Расширение температурного интервала кристаллизации способ-

ков более  
тка больш  
отдельн  
ка "бол  
мерно

ствует более полному прохождению разделительной диффузии. Выравнивающая диффузия вследствие понижения коэффициента диффузии, связанного с более низкой температурой конца кристаллизации, при этом затруднена. Эти условия вызывают увеличение степени дендритной неоднородности от периферии к центру слитка.

Сравнение дендритной неоднородности в обычном и непрерывно-литом слитке показало, что в обычном слитке степень дендритной неоднородности легирующих элементов значительно выше, чем у непрерывного, уже в поверхностной зоне. По мере удаления от поверхности эта разница увеличивается и достигает 30 % в центре слитка.

## ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ СЛИТКА ЭШП

Высокое качество литой стали, полученной электрошлаковым переплавом (ЭШП), объясняется благоприятными условиями кристаллизации слитка в водоохлаждаемой изложнице. Поэтому в электрошлаковом слитке практически отсутствуют дефекты ликвационного или усадочного происхождения. Жидкий шлак оказывает активное рафинирующее действие на жидкий металл, что приводит к существенному очищению металла от неметаллических включений. В поверхностном слое электрошлакового слитка не образуется зона мелких равноосных кристаллов, вместо нее формируется зона мелких столбчатых кристаллов.

Направленный теплоотвод и повышенный градиент температур благоприятствуют развитию в электрошлаковом слитке столбчатых кристаллов. Благодаря осевой или радиально-осевой направленности этих кристаллов, по оси электрошлакового слитка не образуются слабины и связанные с ними трещины.

Особенностью строения слитка ЭШП является наличие ярко выраженной зоны влияния затравки и поддона, в которой столбчатые кристаллы направлены вертикально, а в некоторых случаях даже веерообразно.

С увеличением массы слитка и снижением теплопроводности переплавленного металла в зависимости от состава металла и температурного интервала его кристаллизации, обуславливающих склонность к транскристаллизации из-за снижения охлаждающего влияния стенок кристаллизатора и поддона могут в электрошлаковом слитке создаваться условия для образования зоны равноосных кристаллов [37]. Однако в зоне равноосных кристаллов электрошлакового слитка усадочные, ликвационные и сегрегационные явления выражены в значительно меньшей степени, поскольку металл более чист по примесям (в частности, по сере и неметаллическим включениям) и затвердевание металла этой зоны происходит не в замкнутом объеме, а при наличии подпитки металлом металлической ванны и отводом в эту ванну ливатов.

Структура слитков ЭШП состоит из трех основных зон кристаллизации: первая зона у поверхности слитка имеет мелкокристаллическую структуру, вторая — состоит из вытянутых столбчатых кристаллов, направленных под углом к оси слитка, и третья, центральная, характеризуется крупными дезориентированными кристаллами. Направленная снизу вверх кристаллизация слитка определяет угол наклона осей дендритов, которые при прокатке слитка создают структуру с полной параллельностью волокон при значительно меньших обжатиях, чем требуется для слитка обычной выплавки. Макроструктура слитков получается очень плотной, без каких-либо усадочных и ликвационных дефектов, что подтверждается данными определения плотности на образцах, вырезанных из слитка ЭШП.

В электрошлаковых слитках зональная ликвация элементов, как правило, не наблюдается. Имеющиеся случаи неравномерного распределения некоторых элементов по высоте слитка (титана, алюминия) могут быть связаны с окислительно-восстановительными процессами при ЭШП, а не с процессами ликвации.

Особые условия кристаллизации слитка в процессе ЭШП существенно изменяют количество, характер выделения включений из жидкого раствора, форму и расположение их.

Так как при ЭШП количество серы и кислорода в стали снижается на 40—75 %, в слитке ЭШП наблюдается существенное снижение содержания неметаллических включений. Практически исчезают строчечные включения, все виды включений измельчаются и рассредоточиваются. В процессе ЭШП из стали может

быть удалено 15—30 % азота, а также возможно незначительное удаление водорода. В результате ЭШП общее содержание неметаллических включений в металле снижается в среднем в 2—2,5 раза, что вызывает существенное повышение пластических и вязкостных характеристик металла ЭШП [37].

Характерной особенностью металла ЭШП является значительное уменьшение внутренних и поверхностных дефектов в слитке. В большой степени это связано с тем, что при ЭШП плавление металла и формирование слитка сочетаются в одном плавильном пространстве; при этом отпадает необходимость разливки как отдельной технологической операции и, естественно, устраняются дефекты разливки.

Вместе с тем в слитках ЭШП иногда проявляются специфические дефекты, как, например, электропробой. Макро- и микроструктура слитка в зоне пробы отличается наличием следов перегрева, загрязненностью неметаллическими включениями и включениями шлака. В процессе деформации этот дефект на поверхности слитка раскатывается в характерные волосовины, вокруг которых сохраняется сетка неметаллических включений. Электропробой возникает, если нарушен электрический контакт между слитком и поддоном или между кристаллизаторами и поддоном.

Наиболее характерной особенностью слитков ЭШП является слоистость структуры — послойная кристаллизация, которая сохраняется в деформированном металле.

Слоистое строение слитка связано со слоистой ликвиацией, характеризующейся тем, что при периодических изменениях скорости перемещения фронта кристаллизации изменяется состав кристаллизующегося металла. При этом, как правило, в слитках ЭШП наблюдается равномерная слоистость с незначительным различием в слоях ликвирующих элементов [37]. Механические свойства на образцах, вырезанных из литого металла вдоль и поперек направления соответствующих полос, одинаковы по сечению и высоте слитка.

Наряду с равномерной слоистостью, в некоторых случаях в нижней части электрошлакового слитка в период наведения шлаковой ванны обнаруживаются отдельные грубые кристаллизационные полосы, отражающие форму металлической ванны и пересекающие все сечение слитка. Такие полосы, как правило, остаются и в деформированном металле. Содержание ликвирующих элементов в них может значительно превышать среднее содержание их в слитке [37].

Слиток ЭШП отличается повышенной химической однородностью, плотностью макроструктуры, малым количеством поверхностных и внутренних дефектов, что обусловило его использование с целью повышения надежности и долговечности изделий ответственного назначения.

## Глава VII

### ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ДЕФОРМИРОВАННОГО МЕТАЛЛА

#### ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИЧИН РАЗРУШЕНИЯ ДЕТАЛЕЙ

Установление причины разрушения деталей машин и механизмов включает исследование как самой разрушенной детали, так и сопряженных с ней деталей механизма в целом, сопоставление полученных результатов со статистическими данными или результатами натурных испытаний, расчетами на прочность и другими работами. Разрушение при эксплуатации возникает как следствие ряда фактов, но практически всегда можно выделить наиболее вероятные причины и условия их возникновения. Объемы, порядок и содержание работ в каждом конкретном случае зависят от условий эксплуатации, типа и конструкции детали и машины, характера поломки. В то же время методика установления причин разрушения деталей имеет ряд общих этапов работы, которые должны служить основой исследования [15; 68].

Общее состояние объекта исследования должно оцениваться в присутствии работника лаборатории, который будет исследовать металл в лабораторных условиях.

С момента обнаружения поломки разрушенные детали должны оставаться на месте до прибытия комиссии. Повреждение или поломка могут сопровождаться

явными разрушениями или проявляться косвенно в виде вибрации, дыма, течи и т. д.

Расследование начинается с опроса обслуживающих работников, технического персонала, изучения обстоятельств, при которых произошло нарушение нормальной работы машин, режима работы, общей продолжительности и характера отклонения от нормального режима. В случае крупной аварии и значительного удаления обломков механизма друг от друга необходимо оценить их местоположение, установить направление полета и на основании этого определить первоначально разрушившиеся деталь или узел.

Характерной чертой этого этапа работы является то, что его нельзя повторить в дальнейшем. Поэтому все сведения должны быть максимально полными, точными и войти в аварийный акт. После того как на месте аварии установлены возможные причины разрушения и определена первоначально разрушившаяся деталь, все особенности характера разрушения и взаимное расположение деталей должно быть зафиксировано фотографированием или составлением схемы.

Состояние разрушенных и поврежденных деталей анализируется осмотром неочищенного излома невооруженным глазом, при помощи лупы или бинокулярного микроскопа; фотографированием неочищенного излома; промывкой, очисткой и просушкой изломов; осмотром очищенного излома и отдельных участков при помощи лупы или бинокулярного микроскопа; фотографированием излома и отдельных участков совместно с масштабной линейкой. Анализ поверхности излома является важной, но не единственной необходимой операцией при установлении причин излома. Часто без учета условий работы и внешних признаков повреждения бывает трудно дать правильную оценку излому.

Важно тщательно изучить сломавшуюся деталь, оценить наличие причин и различных повреждений вблизи излома, установить связь имеющихся повреждений с предполагаемым началом разрушения. Трещины, повреждения, загнутые кромки, основные направления деформации, степень пластической деформации и направление действующих усилий могут служить признаком при определении начальных зон и направления разрушения. Тщательному осмотру должна подвергаться вся поверхность детали. Трещины, расположенные на поверхности не только вблизи, но и вдали от излома, могут помочь в выявлении хрупкого слоя, возникшего в результате наклепа, химико-термической обработки, действия агрессивных сред.

Часть из обнаруженных трещин необходимо вскрыть и изучить поверхность излома, часть можно использовать для металлографического анализа. Для выявления мелких трещин на поверхности детали можно воспользоваться травлением с последующим осмотром под лупой или микроскопом или магнитной, цветной или люминесцентной дефектоскопией. При применении этих методов возможно нарушение поверхности излома. Поэтому лучше контролировать излом, отрезав часть исследуемой детали после тщательного осмотра поверхности около излома.

Излом необходимо предохранять от механических повреждений и окисления: сильно забитая, загрязненная или окисленная поверхность излома может быть непригодна для изучения. Наличие окислов, следы затекшего масла, краски и т. п. на поверхности излома могут помочь определить границу трещины, дать информацию о пути и скорости распространения трещины.

На основании анализа излома можно установить характер разрушения (пластическое или хрупкое, при однократном нагружении, усталостное, от длительного действия статической нагрузки и т. п.); вид и направление действия нагрузок (растяжения, изгиба, кручения и т. д.); расположение очага разрушения и связь его с наличием дефектов материала, концентраторов напряжений и т. п.; примерный уровень переменных напряжений (при усталостном разрушении) и состояние материала (пластичное, хрупкое состояние границ зерен и т. д.).

После осмотра излома в нетронутом виде его необходимо аккуратно очистить с помощью растворителей (бензина, керосина, спирта) и мягкой щетки, промыть, просушить и провести фратографический анализ визуальным осмотром и при различном увеличении. Важным этапом исследования является выявление мест зарождения изломов и концентраторов напряжений. Концентраторы напряжений можно оценить по форме и строению излома. Желательно точно установить действующие нагрузки, степень перегрузки и выявить ненормальности в работе разрушившейся детали.

При анализе повреждений необходимо разделить трещины на трещины, возникшие до разрушения и в процессе разрушения. Участок первоначального разрушения может отличаться от основного излома характером строения, наличием дефектов металла, следов ненормальных выработок, характерными следами пластической деформации и смятия. Концентратор напряжений (крупные остроугольные неметаллические включения, карбиды, шлифовочные трещины и др.) устанавливается металлогرافическим анализом или оценкой расположения излома на детали. Разрушение вдоль вала или прутка свидетельствует о наличии продольного дефекта (риски, волосины) или о растрескивании в процессе деформации (прокатки,ковки).

Характер разрушения можно оценить по расположению поверхности излома относительно направления действия сил и внешних контуров детали. Например, если поверхность излома вала расположена под углом  $45^\circ$  к его оси, то разрушение произошло от переменного кручения, если под углом, близким к  $90^\circ$ , от однократного или повторного кручения при значительных перегрузках и от повторных изгибающих нагрузок. Такой излом вала может произойти от мгновенной остановки двигателя. Излом стержней, шпилек, труб, тяг от изгиба или растяжения происходит по плоскости, перпендикулярной к оси. Без анализа условий нагружения детали и ее работы в этом случае трудно установить, от каких нагрузок произошел излом.

Влияние характера действующих нагрузок на процесс разрушения показано на схемах (см. рис. 20, 24).

Анализ условий работы необходим для оценки конструктивных, производственно-технологических и эксплуатационных факторов. Оценка конструкционных факторов важна в случае массовых поломок одних и тех же деталей, а также в случае поломки деталей опытных машин. Разрушение деталей может быть обусловлено недостаточной прочностью, которая может проявиться при изменении условий работы: замене среды, колебаниях температуры, уменьшении сечения из-за износа и т. п.

Большими конструктивными недостатками могут быть концентраторы напряжений, неправильные зазоры, неудовлетворительная смазка и неправильный подбор материалов трущихся пар. Местом зарождения трещин могут быть выточки и сварные швы в наиболее нагруженных зонах детали. Дополнительные дефекты могут возникнуть во время ремонтных работ: наплавка материала, не соответствующим условиям работы, трещины, вмятины, изменение размеров.

К дефектам механической обработки относятся: искажения геометрических размеров, формы деталей, повреждения при ремонте, подрезы галтельных переходов, следы грубой механической обработки, задиры и трещины, шлифовочные трещины, ожоги и др.

Разрушение деталей может произойти и при неправильной сборке. К группе монтажных дефектов относятся перекосы, неправильная посадка, перетяжка, ослабление затяжки резьбовых соединений.

При исследовании причин разрушения деталей наиболее сложным является оценка эксплуатационных факторов вследствие того, что допущенные при эксплуатации или обслуживании нарушения и изменения ритма работы механизма выявляются с большим трудом, а часто остаются невыявленными.

Если ремонтные и производственные факторы в большинстве случаев можно установить прямым путем (обмер, дефектоскопирование и т. п.), то эксплуатационные нарушения (удары, перегрузки, перегревы, «масляное голодание» и т. п.) чаще устанавливаются косвенно. Поэтому при анализе эксплуатационных факторов важно изучить документацию по эксплуатации и техническому обслуживанию. Необходимо учитывать квалификацию работников, срок службы машины, режимы работы, характер поломки, причины замены деталей и узлов, а также оценивать основные свойства по литературным данным и сопоставлять их с требованиями чертежа и уровнем свойств по сертификату, дополнительную и весьма сложную информацию могут дать результаты статистического анализа поломок на данном или подобном агрегате. Перечень факторов для анализа должен уточняться и дополняться с учетом конкретных условий службы детали.

Оценка качества металла детали и технологии ее изготовления включает в себя ряд стандартных испытаний: химический анализ, анализ макроструктуры и снятия серного отпечатка, анализ микроструктуры и неметаллических включе-

ний, фрактографию, механические испытания, технологические испытания (изгиб, осадка, свариваемость), дефектоскопию (УЗК, поверхностный магнитный анализ), оценку качества обработки поверхности. Обязательным этапом оценки является обмер детали, проверка регулировочных зазоров в механизме и сопоставление полученных результатов с требованиями технических условий, чертежей или со справочными данными.

При разрушении детали по конструктивному концентратору напряжений снимаются слепки, на которых измеряется радиус галтельных переходов. Необходимо определить класс чистоты обработки поверхности, особенно в том случае, если разрушение детали произошло по рискам от механической обработки, вмятинам, раковинам.

В тех случаях, когда общая оценка качества металла не позволяет сделать выводы о причинах разрушения, используют количественный металлографический анализ, электронную микроскопию, микрофрактографию, рентгенографические исследования, локальный анализ структурных составляющих рентгеновским микроанализатором, электронно-лучевым микронзондом и т. п.

Окончательным этапом работы является расчетная и экспериментальная проверка условий разрушения. На основании анализа эксплуатационных нагрузок, состояния и свойств материала разрушенной детали рассчитывается прочность, определяются характеристики литевой механики разрушения и оценивается вероятность разрушения детали при расчетных нагрузках. Критерием правильности результатов расчета является воспроизведение характера разрушения в лабораторных условиях при моделировании условий эксплуатации. Так как лабораторные условия не могут в полной мере отразить режимы эксплуатационных нагрузок, окончательное суждение о прочности детали формулируют на основании натурных стендовых испытаний наиболее ответственных деталей, от работоспособности которых зависит долговечность механизма в целом. Одним из основных критериев правильности лабораторных и стендовых испытаний является сходство строения излома при испытаниях и поломках в условиях службы.

Окончательное заключение о причинах поломки может быть сделано на различных этапах исследования на основании анализа внешнего состояния условий работы и излома детали, оценки качества материала, расчетов на прочность или экспериментальной оценки напряжений. В нем должно быть обоснование последовательности и картины разрушения, установление его причины. Оно позволяет разработать предложения и мероприятия по предотвращению поломок в дальнейшем. Рекомендации по предотвращению поломок детали могут предусматривать улучшение конструкции деталей и узлов, качества изготовления и ремонта, изменение технологии изготовления, свойств материала, соответствующих условиям эксплуатации, дополнение к инструкциям по эксплуатации и обслуживанию, устранение недостатков и нарушений, выявленных при обследовании.

Отчет является обязательной формой оформления материалов исследования. Материалы, помещаемые в отчет, должны быть обработаны и систематизированы. Не следует включать в него материалы и информацию, не имеющие прямого отношения к задачам исследования. Общими требованиями к отчету являются: четкость построения, логическая последовательность изложения материала, убедительность обоснования, краткость и точность формулировок, исключаящие возможность субъективного и неоднозначного толкования, конкретность изложения результатов работы, доказательность и обоснованность выводов и рекомендаций. Ниже приведена общая схема исследования причин разрушения детали.

## **ИЗУЧЕНИЕ ПРИРОДЫ ДЕФЕКТОВ КАТАНОГО И КОВАНОГО МЕТАЛЛА**

Дефекты в зависимости от их влияния на служебные свойства поковок или проката могут быть критическими, значительными или малозначительными. Критическим называют дефект, при наличии которого использование детали по назначению невозможно из-за несоответствия требованиям качества, надежности, безопасности. Значительный дефект существенно влияет на использование детали по назначению и ее долговечность, но не является критическим, малозначительный — не оказывает влияния на свойства проката или поковки.

# Алгоритм исследования причин разрушения детали

Деталь (механизм)

Оценка общего состояния

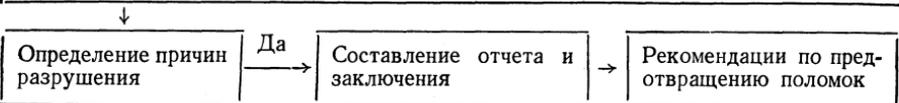
Описание вида разрушения детали
Определение нарушений нормального ритма работы
Определение длительности службы детали
Составление документации на бракование (акты, фотографии)
Предварительное определение возможных причин разрушения

↓  
Оценка характера разрушения

Определение характера разрушения
Определение очага разрушения
Определение концентраторов напряжений или дефектов
Определение направления действия напряжений
Оценка состояния материала по излому и внешнему виду
Оценка качества механической обработки
Оценка характера взаимодействия деталей и изменения в размерах

↓  
Анализ технической документации

Анализ аварийного акта
Анализ чертежей, технических условий
Соответствие геометрических размеров чертежу
Наличие документации на ремонт или замену детали
Описание материала и обработки детали
Анализ сертификата на материал
Анализ статистического материала аналогичных поломок

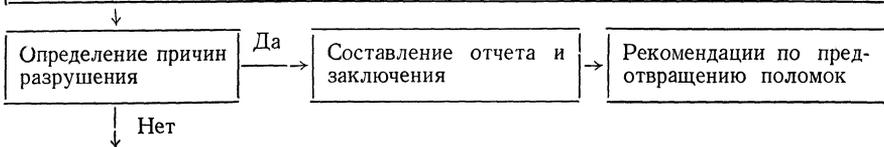


↓ Нет

Оценка качества материала детали

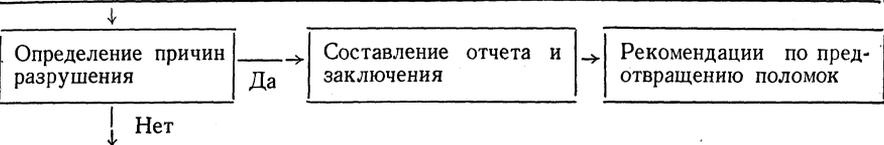
Количественный химический анализ
----------------------------------

Вырезка образцов из места разрушения и сравнительных
Макроструктурный анализ
Анализ микроструктуры с помощью светового микроскопа
Фотография
Механические испытания
Технологические испытания
Дефектоскопия
Оценка качества термообработки
Оценка технологического, металлургического и конструктивных факторов
Выводы о качестве материала детали



Структурное исследование качества материала

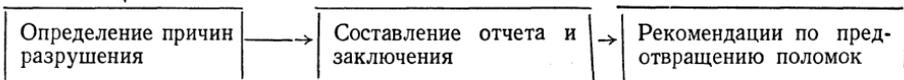
Количественный металлографический анализ
Электронная микроскопия
Микрофрактография
Рентгенографические исследования
Локальный анализ структурных составляющих
Анализ результатов исследования



Расчетная и экспериментальная проверка

Анализ эксплуатационных нагрузок
Проведение расчетов на прочность

Оценка характеристик линейной механики разрушения
Оценка вероятности разрушения
Моделирование условий эксплуатации
Воспроизведение характера разрушения в лабораторных условиях
Натурные стендовые испытания
Окончательные выводы



Качество продукции определяется наличием дефектов, и достоверное установление причин появления отдельных дефектов на прокате или поковке необходимо для разработки технологических и организационных мероприятий по предотвращению их появления. Сложность исследования природы дефектов заключается в том, что дефекты одного вида могут вызываться несколькими причинами в разных цехах (сталеплавильном или прокатном). Кроме того, одинаковые по внешнему виду дефекты имеют различную природу. При последующих переделах внешний вид их может измениться.

Дефекты классифицируются по характеру и природе, по цеху, в котором они образовались, по возможности исправления и другим признакам (ГОСТ 20847—75 для сортового проката и поковок и ГОСТ 21014—75 для листового металла) [33; 62].

При исследовании природы дефектов оцениваются первичные причины, которые могли привести к его образованию, и выделяется главная из них.

1. При осмотре деталей с дефектами фиксируются характер, внешние признаки, место расположения дефекта. Фотографирование должно дать общую картину и картину характерных участков. Фотография должна иметь размерную шкалу. При осмотре необходимо обратить внимание на повторяемость дефектов на серии штанг, поковок.

При анализе дефектов проката и поковок необходимо выяснить, не остались ли слитки из исследуемой партии металла, исследовать имеющиеся дефекты на поверхности литого металла и установить возможное их влияние на дефекты деформированного металла.

2. Анализ технологической документации проводится совместно с инженером-технологом. Кроме отмеченных в технологических паспортах нарушений технологии, необходимо обратить внимание на возможность резкого нерегламентированного подсуживания и нагрева металла, механического воздействия и т. п.

3. Образцы (темплеты) для лабораторного исследования отбираются из наиболее характерных мест с учетом необходимости сохранения формы и вида дефекта.

4. Лабораторные исследования природы дефекта включают контроль излома для изучения строения стенок дефекта, микроконтроль качества металла в целом и зоны дефекта, исследование микроструктуры зоны дефектного и здорового металла, химический анализ и испытание механических и технологических свойств (если это необходимо).

5. Анализ результатов исследования должен выявить основные причины, которые привели к образованию дефекта, что позволит дать рекомендации по устранению или по предотвращению дефектов. Основные дефекты металла приведены в табл. 21, 22.

## 21. Дефекты металла, перешедшие из дефекта слитка или литой заготовки

Дефект	Определение	Характерные признаки и причины возникновения дефекта
Раскатанное загрязнение	Вытянутое раскатанное загрязнение слитка или литой заготовки шлаком или огнеупором	На микрошлифах места, где залегают грубые включения, дефекты имеют вид полости, чаще неправильной формы по конфигурации включения. Полости имеют неровные края, концы их чаще всего тупые, расположены под любым углом к поверхности, заполнены и окружены грубыми неметаллическими включениями, имеющими вид сложных окислов. Изменений в структуре вокруг включений в основном не наблюдается. Дефект может быть связан с нарушением технологии разливки и низким качеством огнеупоров
Раскатанная корочка	Частичное местное отслоение металла, образовавшееся в результате раскатки затвердевших корочек в виде скоплений неметаллических включений, окисленных заливки и брызг, имеющихся на поверхности слитка или литой заготовки	Микроструктура металла в зоне заворота характеризуется наличием скоплений неметаллических включений, располагающихся в виде захваченных и представляющих собой продукты раскисления, огнеупоры. У поверхности заготовки стенки дефектов частично обезуглерожены. Реактивом Обергоффера в районе заливки корочек выявляется ликвация фосфора. Корочки возникают от поворачивания у стенки изложницы затвердевшего верхнего слоя металла, образующего корочку на поверхности слитка. Корочки тонут в жидком металле и могут вследствие этого встречаться в различных местах по высоте слитков. Корочка состоит из затвердевшего металла и пленки всплывающих загрязнений. Состав ее зависит от состава стали, величины и места подворота в тело слитка. Дефект часто связан с разливкой холодного металла или металла с большой вязкостью, изменением скорости разливки, неравномерной смазкой изложниц.
Усадочная раковина	В прокатном металле под названием «усадочная раковина» имеются в виду такие дефекты, которые связаны с остатками усадочной раковины слитка, не удаленной полностью при обрезке	Усадочная раковина наблюдается на торце заготовки, прилизительно в середине его, и представляет собой расслоение металла. Характеризуется наличием скоплений грубых неметаллических включений типа шлаковых и сернистых, выделившихся при остывании металла в полости усадочной раковины. Отдельные участки стенок дефектов обезуглерожены. Основными причинами дефектов являются обрезка верхней части слитка на недостаточную величину, ненормальная глубина усадочной раковины, значительно превышающая обычную, связанная, например, с высокой температурой разливки, недостаточным утеплением прибыльной части слитка, неравномерным охлаждением. Образуются при деформации неметаллических включений
Волосовина	Нитевидные несплошности в металле	
Раскатанный пузырь	Прямойлинейное нарушение сплошности поверхности вдоль направления прокатки, образовавшееся из наружного или подповерхностного пузыря слитка или литой заготовки	Дефект часто имеет групповое расположение. Полость дефекта обычно заполнена окалиной и располагается перпендикулярно к поверхности заготовки. К дефекту прилегает резко ограниченная зона обезуглероженного металла, насыщенная мелкими частицами окислов. В районе дефекта имеются пузыри, не вышедшие на поверхность. Основными причинами, приводящими к большой газонасыщенности металла и к появлению газовых пузырей, являются недораскисленность металла, сильный перегрев его в печи, попадание влаги в металл, плохая просушка ковша, центровых и сифонных проводок

Дефект	Определение	Характерные признаки и причины возникновения дефекта
Раска- танная трещина	Разрыв металла, образовавшийся при прокатке продольной или поперечной трещины слитка и заполненный окалиной	В микроструктуре дефекты представляют собой грубые разветвленные трещины, заполненные окалиной, с обильным количеством глобулярных окислов железа, являющихся результатом взаимодействия металла слитка нагревательных колодцев в период нагрева, сопровождаются значительным обезуглероживанием. Дефекты проката, полученные из трещин на слитке, располагаются под любым углом по отношению к поверхности. Причинами появления дефекта являются повышенный уровень внутренних напряжений в слитке, возникающих при кристаллизации или охлаждения, отклонения от инструкции по температуре и скорости разливки

## 22. Дефекты поверхности металла, образовавшиеся в процессе передела

Дефект	Определение	Характерные признаки и причины возникновения дефекта
Рванины	Раскрытые разрывы, расположенные поперек или под углом к направлению наибольшей вытяжки металла при ковке или прокатке, образовавшиеся вследствие пониженной пластичности металла	На микрошлифе с поверхности оплавление металла. Дефекты имеют вид разветвленных разрывов, заполненных окалиной, в основном со значительным обезуглероживанием стенок, с дожками заварившихся окислов, которые образуются по раскрытым разрывам при охлаждении. В отдельных местах окислы располагаются по границам первичных зерен. Микроструктура в большинстве случаев характеризуется крупнозернистостью и видманштеттом. Причинами образования являются перегрев металла под прокатку, который может быть вызван не только превышением температуры нагрева перед прокаткой, но также длительными выдержками; неравномерный прогрев слитков при нагреве под прокатку и слишком низкая температура металла перед прокаткой; дефекты слитка, возникшие при нарушении режимов охлаждения
Чешуй- чатость	Отслоения и разрывы в виде сетки, образовавшиеся при прокатке вследствие перегрева или пониженной пластичности металла периферийной зоны	На микрошлифе разрывы совпадают с границами зерен и сопровождаются окислами и эвтектическими фазами. Снижение пластичности может быть вызвано выделением по границам зерен легкоплавких составляющих или насыщением поверхности металла серой при нагреве его в среде сернистых газов
Прокат- ная пле- на	Отслоение металла языкообразной формы, соединенное с основным металлом одной стороной, образовавшееся вследствие раскатки или расковки рванин или следов глубокой за-	На микрошлифе в зоне дефекта может наблюдаться окалина, металл обезуглерожен

Дефект	Определение	Характерные признаки и причины возникновения дефектов
Трещина на поверхности	<p>чистки дефектов поверхности; нижняя поверхность отслоения и металл под ним покрыты окалиной</p> <p>Разрыв металла, идущий обычно вглубь под прямым углом к поверхности, образовавшийся вследствие напряжений, вызванных структурными превращениями</p>	<p>На микрошлифе трещина напряжения имеет тонкий конец и проходит по границам зерен. Окисление и обезуглероживание в зоне дефекта может образоваться только при последующем нагреве. Термические напряжения в металле, возникающие при нагреве, тем более значительны и опасны, чем больше разница между температурой металла, сажаемого в нагревательные устройства, и температурой самих нагревательных устройств. Особенно опасна посадка холодных слитков в горячие нагревательные устройства. Учитывая опасность возникновения трещин при посадке холодных или сильно остуженных слитков, обычно несколько охлаждающих нагревательных колодцев тотчас же после выдачи из них в прокатку нагретых слитков. Появление трещин на металле может произойти либо в самом нагревательном колодце, либо при прокатке, в зависимости от величины термических напряжений</p>
Рябизна	<p>Углубления от вдавленной окалины, образовавшейся при ковке, прокатке или правке металла</p>	<p>Рябизна обнаруживается после удаления окалины. Дефект может распространяться на значительную часть поверхности, иметь групповой или единичный характер</p>
Закат	<p>Прикатанный продольный выступ металла с одной или двух диаметрально противоположных сторон, образовавшийся в результате вдавливания уса или подреза, а также следов зачистки грубых рисок</p>	<p>Дефект в большинстве случаев проходит по всей длине заготовки. При зачистке закат уходит в сторону, образуя изгиб на месте зачистки. На поперечном микрошлифе дефект располагается под острым углом к поверхности, конец его не разветвлен, заполнен окалиной. Металл по дефекту незначительно обезуглерожен. Причиной образования служат заусенцы, усы, бугорки и прочие неправильности промежуточного профиля, а также неправильные калибровка или задача металла в калибры, установка калибров, работа на сильно выработанных валках</p>
Морщины	<p>Группа чередующихся продольных углублений и выступов, образовавшихся в процессе прокатки при повышенных обжатиях боковых граней. Располагаются по всей длине штанги в одну-две линии или по несколько штук рядом с некоторыми перерывами по длине</p>	<p>Морщины могут образовываться в процессе прокатки при повышенных обжатиях боковых граней, сплюснутого овала на круг или вытянутого ромба на квадрат, нарушения очередности кантовки, работе на валках с сильно выработанными калибрами, с наварями на калибрах, наличия окалины на поверхности металла во время прокатки</p>

Дефект	Определение	Характерные признаки и причины возникновения дефекта
Раскаты танной пригар	При раскате металла, приварившегося к слитку из-за нарушения технологии или неисправности изложницы	Отличается по внешнему виду от основного металла. Образуется из-за наличия в изложнице посторонних металлических предметов, окалины

При обработке и эксплуатации детали возникают следующие дефекты.

**Закалочные трещины** — разрывы металла, возникающие при охлаждении деталей преимущественно сложной формы, в процессе закалки из-за высоких напряжений. Они могут появиться и после закалки на деталях, длительное время не подвергавшихся отпуску, уменьшающему внутренние напряжения. Отличительными признаками являются неопределенность их направления и извилистая форма. Встречаются группами, но большей частью число их на детали невелико.

**Шлифовочные трещины** — тонкие разрывы, как правило, в виде сетки на шлифованной поверхности металла. Возникают при шлифовании сталей, склонных к образованию трещин, закаленных высокоуглеродистых и легированных, цементованных, азотированных и хромированных. Причинами образования шлифовочных трещин являются неправильный режим предшествовавшей шлифованию термической обработки, способствовавшей возникновению значительных напряжений, и локальный перегрев металла при нарушении режима шлифования.

**Надрывы** — неглубокие трещины, возникающие в деталях в результате холодной деформации металла, например при сверлении или развертке отверстий тупым сверлом или разверткой, накатке резьбы, изготовлении пружин, холодной штамповке, особенно когда металл имеет невысокие пластические свойства из-за дефектов структуры.

**Усталостные трещины** возникают под действием высоких знакопеременных напряжений.

Степень **коррозионного повреждения** зависит от наличия агрессивных сред, качества защитных покрытий, сочетания материалов в узле и др.

**Термические трещины** возникают при резком охлаждении деталей (особенно в интервале температур мартенситного превращения), а также при недостаточной смазке или заедании (схватывании) трущихся деталей, в результате чего их поверхности нагреваются до высоких температур. Трещины часто наблюдаются на поверхности азотированных, цементованных или поверхностно закаленных деталей, работающих при высоких удельных нагрузках.

**Трещины термической усталости** возникают в результате циклического изменяющегося теплового состояния.

## ИССЛЕДОВАНИЕ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Методы оценки свойств сварных соединений во многом аналогичны методам оценки свойств металлов. Однако при исследовании сварных соединений следует иметь в виду их особенности, связанные с влиянием температурно-деформационного цикла, различием в структуре шва и околошовной зоны, отличием химического, фазового и структурного состояния металла шва от состояния сравнительного металла, наличием остаточных внутренних напряжений и присутствием внешних и внутренних дефектов [17; 38].

При дуговой сварке плавлением или прессовой сварке теплота зоны сварки, распространяясь в стороны от шва, создает в околошовных зонах основного металла градиент температуры с перепадом от температуры плавления на свариваемых кромках до температуры свариваемого металла, влияющих на исходную структуру и свойства стали (рис. 40). Причиной разрушения сварных соединений могут быть дефекты сварного шва, образование закалочных структур, высокий уровень остаточных напряжений, загрязнение металла включениями. Чаще всего

местом разрушения (более 90 %) является участок основного металла в зоне соеденения, подвергнутого нагреву.

Качество сварного шва может быть оценено неразрушающими методами, механическими испытаниями и металлографическими исследованиями. К неразрушающим методам контроля качества сварных соединений относится контроль на непроницаемость (керосином, сжатым воздухом, вакуумированием, массплетрометрическим теческателем); магнитные и электромагнитные; люминесцентный и цветной, применяемые для поверхностных дефектов; радиационные, ультразвуковые и магнитографические — для скрытых внутренних дефектов.

Механические свойства сварного соединения оцениваются в различных структурных зонах. Необходимо иметь в виду, что условия испытания механических свойств металла соединения и его зон не соответствуют условиям работы нагруженной сварной конструкции. Свойства сварного соединения в целом могут существенно отличаться от свойств отдельных зон. Действие неоднородной внешней нагрузки в реальных условиях может деформировать и разрушать сварное соединение по механизму, отличному от разрушения при испытании образцов.

Металлография является разрушающим методом исследования, благодаря чему можно анализировать любые участки сварного соединения. Образцы для металлографического анализа вырезают из наиболее характерных участков исследуемой детали. В случае анализа разрушений в них должны содержаться дефекты, вероятно, послужившие причиной разрушения (трещины, поры, включения и т. п.). Образец должен охватывать все участки сварного соединения; сварной шов, зону термического влияния, а так-

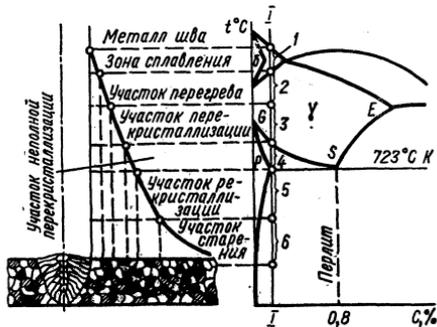


Рис. 40. Схема участков в зоне термического влияния сварного соединения.

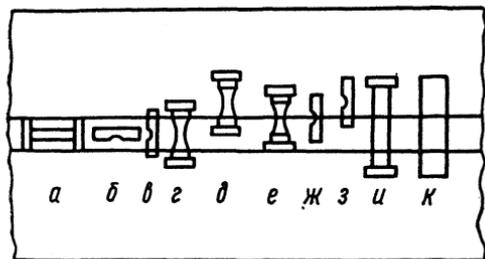


Рис. 41. Схема вырезки образцов из сварных соединений для оценки основных свойств:

а, г — прочности металла шва; б, в — ударной вязкости металла шва; д, е — прочности различных участков околошовной зоны; ж, з — ударной вязкости различных участков околошовной зоны; и — прочности сварного соединения; к — пластичности сварного соединения при испытании на изгиб.

же основной металл, не подвергавшийся термическому влиянию сварки. В зависимости от задач конкретного исследования могут быть выбраны различные направления резки при изготовлении шлифа (рис. 41).

Для отбора образцов из металла или исследуемой детали пригодны все способы, не вызывающие изменения структуры (фрезерование, строжка, резка ножовкой, сверление). Резку абразивными кругами можно использовать лишь в тех случаях, когда образец интенсивно охлаждается водой или эмульсией. Температура в месте вырезки остальных образцов не должна превышать 60—80 °С.

Газовую кислородную резку можно применять лишь в том случае, если оставляется припуск на удаление зоны термического влияния последующей холодной обработкой. Поэтому подготовка образцов микро- и макрошлифов сварных соединений — более трудоемкая операция, чем при исследовании монолитного металла.

Весь сварной шов чаще всего необходимо оценивать по данным анализа нескольких плоскостей сечения образца. Если кристаллиты ориентированы

в каком-то определенном направлении, то их форма и размеры на шлифе также зависят от направления проходящих через них сечений. Оценка действительной формы трехмерных структурных составляющих не всегда обязательна, и заключение о структуре делают, как правило, по ее двумерному изображению на шлифе. Поэтому желательно, чтобы исследованием сварного соединения занимались одновременно инженер-металловед и инженер-сварщик.

Методика приготовления и травления шлифов и структуры сварных соединений подробно описана в работах [44; 73]. Задачей металлографического исследования сварных соединений является изучение качественных изменений структуры в результате металлургических процессов. По структуре можно сделать выводы о влиянии этих процессов на работоспособность соединений при эксплуатационных нагрузках. Эти данные позволяют совершенствовать технологию сварки и термообработки.

Для объяснения причин разрушения сварных соединений необходимо иметь информацию о возможности образования и поведения структуры при заданных нагрузках. Необходимо установить свойства исследуемых материалов, основного и присадочного металла, способа сварки, последующей обработки и т. п.

Одна из основных задач исследования сварных соединений — это выявление дефектов. Количество дефектов в сварном шве — объективный показатель рациональности принятого технологического режима, пригодности и кондиции используемых сварочных материалов и основного металла, квалификации сварщика, общей культуры производства. Снижение вероятности образования дефектов даже за счет увеличения затрат на вспомогательные и основные технологические операции экономически целесообразно.

Дефекты в сварных соединениях различаются по месту расположения (наружные и внутренние) и причинам возникновения. Причины возникновения дефектов связаны с металлургическими, термическими, гидродинамическими процессами при плавнении, кристаллизации и охлаждении шва, с формированием шва.

В процессе изготовления сварных конструкций могут изменяться размеры отдельных элементов или конструкции в целом, что вызвано деформацией (короблением) изделия и усадкой швов.

Кристаллизационные трещины в металле шва представляют собой макроскопические и микроскопические несплошности, которые зарождаются в процессе первичной кристаллизации металла шва и развиваются при остывании металла в твердом состоянии. Характерной особенностью кристаллизационных трещин является их расположение вдоль направления роста столбчатых кристаллов. Кристаллизационные трещины являются одним из основных видов брака при сварке. Они служат причинами хрупкого, усталостного и коррозионного разрушения конструкции как в процессе изготовления, так и в процессе эксплуатации.

Устойчивость металла шва против кристаллизационных трещин (технологическая прочность металла шва) зависит от величины и скорости нарастания действующих в процессе кристаллизации металла шва растягивающих напряжений, химического состава металла шва, формы сварочной ванны, величины первичных кристаллов.

Предварительный подогрев свариваемого металла в пределах 150—500 °С эффективно уменьшает количество трещин. Снижение опасности образования горячих трещин может быть достигнуто за счет рационального легирования стали, использования режимов сварки с минимальным выделением тепла. В основном металле следует ограничивать содержание примесей (серы, фосфора), связывать эти элементы в тугоплавкие соединения, а также измельчать первичную структуру металла шва.

Холодные трещины образуются в сварных соединениях при остывании их до температур порядка 200 °С и являются характерным дефектом сварных соединений из средне- и высоколегированных сталей перлитного и мартенситного классов. Холодные трещины наиболее часто поражают околшовую зону, реже — металл шва. Они возникают по истечении некоторого времени после окончания сварки и затем на протяжении нескольких часов и суток распространяются в металле. Основными факторами, определяющими их возникновение и развитие в сварных соединениях, являются закалочные явления, суммарные напряжения и водород.

Для предотвращения холодных трещин необходимо регулировать термиче-

ский цикл сварки путем выбора соответствующего режима и использовать предварительный подогрев. Поры в швах имеют округлую, вытянутую или более сложную форму. Они возникают при первичной кристаллизации металла сварочной ванны в результате выделения водорода, кислорода, азота и окиси углерода. Поры располагаются по оси или сечению шва, а также вблизи границы сплавления.

Шлаковые каналы представляют собой заполненную шлаком несплошность. Ширина канала совпадает с шириной зазора между свариваемыми кромками. Образуются шлаковые каналы, в основном, при сварке под флюсом в первом проходе двусторонних стыковых швов, выполняемых на флюсовой подкладке.

Зона несплавления характеризуется отсутствием сплавления между основным металлом и металлом сварочной ванны по периметру шва.

Утяжины представляют собой расположенные друг от друга на расстоянии, примерно равном длине сварочной ванны, усадочные рыхлости (трещины), располагающиеся на 2—3 мм в глубь шва и на 5—8 мм вдоль его оси. Строение утяжины совпадает со строением усадочных рыхлостей в кратере шва.

Непроваром называется местное отсутствие сплавления между свариваемыми элементами, между металлом шва и основным металлом или отдельными слоями при многослойном шве. Непровар уменьшает сечение шва и вызывает значительную концентрацию напряжений, что может привести к образованию трещин. Причины непровара являются неправильный режим сварки, нарушение режима уменьшением силы тока и неправильным направлением электрода.

Подрез — это местное уменьшение толщины основного металла у границы шва, приводящее к резкой концентрации напряжений. В большинстве случаев он является следствием излишне высокого напряжения дуги или недостаточно точного перемещения электрода по оси соединения.

Напльвом называется натекание металла шва на поверхность основного металла без сплавления с ним. Они возникают при неправильно выбранном режиме сварки или наличии на свариваемых кромках слоя окалины.

Прожоги — это полости в шве, образовавшиеся в результате вытекания сварной ванны. Они возникают при избыточной силе тока, увеличении зазора между свариваемыми кромками, изменения наклона электрода. Прожоги — недопустимый дефект сварного соединения, места их должны быть зачищены и заварены заново.

Кратером называется углубление, образующееся после обрыва дуги в конце шва. Он характеризуется наличием усадочной раковины, часто переходящей в трещину.

Шлаковые включения представляют собой видимые невооруженным глазом округлые или вытянутые включения шлака, расположенные в металле шва у границы сплавления или между отдельными слоями.

Ожогами называются небольшие участки на основном металле вне сварочного шва, подвергавшиеся расплавлению. Эти участки обладают пониженной пластичностью.

Опыт эксплуатации и исследования сварных конструкций показывает, что технологические дефекты могут существенно снижать работоспособность сварных соединений. В конструкциях, работающих в условиях статического нарушения, дефекты являются очагами хрупких разрушений. При значительных напряжениях подрезы, непровары, несплавления и трещины создают значительную концентрацию напряжений и снижают долговечность соединений. При определенных условиях дефекты типа пор и шлаковых включений, не опасные при статических нагрузениях, могут вызвать преждевременные усталостные разрушения.

## **НЕРАЗРУШАЮЩИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ МАКРОДЕФЕКТОВ**

Ультразвуковая дефектоскопия основана на применении ультразвукового излучения, обладающего большой проникающей способностью и отражающегося от границы раздела двух сред с резко различными физическими свойствами. Для неразрушающего контроля применяют теневой, резонансный и эхо-методы.

Теневой метод заключается в том, что с одной стороны контролируемого объекта при помощи излучения вводят ультразвуковые колебания, а с другой — при помощи приемника регистрируют интенсивность этих колебаний. Если на пути

ультразвуковых колебаний встречается дефект, то часть ультразвуковой энергии отразится от него, интенсивность колебаний, попадающих на приемник, резко уменьшится и в приемнике отразится тень от дефекта. Для применения теневого метода необходим двусторонний доступ к контролируемому объекту, что является существенным недостатком для его широкого практического использования.

Резонансный метод ультразвукового контроля основан на возбуждении в объекте так называемых стоячих волн, возникающих в результате интерференции вводимых в объект упругих колебаний и колебаний, отраженных от раздела объект — воздух или другая среда.

Оба метода применяют для контроля проката малой и средней толщины.

Эхо-метод ультразвуковой дефектоскопии основан на введении в контролируемый объект с помощью излучателя коротких импульсов упругих колебаний и регистрации интенсивности и времени прихода эхо-сигналов, отраженных от дефектов. Его применяют для обнаружения грубых дефектов в слитках, предназначенных для изготовления ответственных изделий, контроля труб и прокатных заготовок, а также для выявления в поковках (типа роторов и дисков турбин, заготовок штампов, станин, валов и т. п.) флокенов, остатков усадочных раковин, грубых включений, оксидных плен, ликвационных скоплений и других внутренних дефектов.

Ультразвуковые дефектоскопы имеют «мертвую зону», т. е. пространство около поверхности контролируемого объекта, в котором невозможно обнаружить дефекты. Для современных дефектоскопов она обычно не превышает 1—3 мм.

Для выявления различных внутренних дефектов в слитках и заготовках, контроля качества макроструктуры металла применяют отечественные ультразвуковые дефектоскопы УДМ-1М, УДМ-3, УЗД-14, ДУК-66 и др. Применение ультразвуковой установки типа УЗУЛ для контроля дефектов горячекатаных листов (шириной до 3,5 м и длиной до 15 м) теневым методом с импульсным излучением ультразвука позволяет определять дефекты в виде расслоений площадью 1 см<sup>2</sup> для листов толщиной до 20 мм и 3 см<sup>2</sup> — для листов толщиной до 150 мм. Автоматизированный контроль дефектов горячекатаных листов и полос толщиной 12—25 мм осуществляют на установках типа «Прокат-5». Внутренние дефекты прутков диаметром 10—50 мм выявляют с использованием установки типа «Стержень», в состав которой входит ультразвуковой дефектоскоп ДУК-66.

При магнитной дефектоскопии контролируемый объект помещается в магнитное поле. Магнитный поток, встретив на своем пути препятствие в виде дефекта (трещин, расслоений, волосовин, флокенов и др.) с меньшей магнитной проницаемостью, образует поле рассеяния и часть магнитных силовых линий выходит на поверхность объекта.

Магнитопорошковый метод включает три основных стадии: намагничивание контролируемого объекта, нанесение на его поверхность магнитного порошка или суспензии и размагничивание объекта. Для намагничивания применяют ферромагнитные порошки на основе магнитной окиси железа черного или темно-коричневого цвета с диаметром частиц не более 50 мкм. Отечественная промышленность выпускает магнитопорошковые дефектоскопы МД-77М, УМДЭ-2500, УМД-10000, АЕС-3, ДМП-2, ПМД-3М и др.

Магнитолюминесцентный метод применяют для обнаружения дефектов в объектах с темной поверхностью. Он позволяет выявить тонкие, не видимые невооруженным глазом трещины различного происхождения. Отличие этого метода от обычного магнитопорошкового связано с применением светящегося магнитного порошка в ультрафиолетовых лучах. Дефекты выявляют по яркому свечению порошка, оседающего над ними. Флуоресцирующий магнитный порошок изготавливают, добавляя в смесь магнитного порошка Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> с флуоресцирующим люминофором (антрацентом) связующий лак.

При магнитоферрезонансном методе поле рассеяния магнитных силовых линий над дефектами регистрируется феррезондовым датчиком. Он представляет собой ферритный или пермаллоевый сердечник длиной 2—6 мм с двумя обмотками, из которых первая — возбуждающая, а вторая — измерительная, дающая информацию о наличии и изменениях внешних магнитных полей.

Рентгеновская и гамма-дефектоскопия, широко применяемая на машино-

строительных предприятиях для контроля качества литых и сварных изделий, получает все большее распространение и на металлургических заводах.

Гамма-излучение представляет собой электромагнитное излучение при распаде ядер, обладающее большой проникающей способностью. В качестве источника  $\gamma$ -лучей используют радиоактивные изотопы  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{155}\text{Eu}$  и др.

Сущность рентгеновской и гамма-дефектоскопии заключается в том, что при прохождении через контролируемый объект рентгеновские и  $\gamma$ -лучи заметно ослабевают, поскольку часть их энергии расходуется на возбуждение атомов и молекул (увеличение амплитуды их колебаний, отрыв электронов и др.). При этом наблюдается различное поглощение рентгеновских или  $\gamma$ -лучей здоровыми и дефектными сечениями объекта. Выявляемость дефекта зависит от толщины объекта и длины волны рентгеновского или гамма-излучения. В качестве индикатора изображения просвечиваемого объекта обычно служит рентгеновская пленка, чувствительная к рентгеновскому и гамма-излучению. На рентгенограмме наблюдается различное почернение здорового и дефектного участков объекта.

Для контроля применяют рентгеновские дефектоскопы типа РУП, ИРА и др., гамма-дефектоскопы РК-2, РД-10Р типа «Гаммарид» и др.

## Глава VIII

### ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В МЕТАЛЛОВЕДЕНИИ

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ МЕТАЛЛА

Одним из методов предварительной оценки качества материалов является измерение плотности, которая находится как частное от деления массы материала  $m$  на его объем  $V$  ( $\text{г/см}^3$  или  $\text{кг/дм}^3$ ):

$$\rho = m/V.$$

Плотность волокнистых, пористых и порошковых материалов измеряется по насыпной массе, учитывающей объем всего материала, включая все несплошности. Относительная плотность является отношением реальной плотности к плотности эталонного вещества.

Наиболее чувствительными из методов определения плотности твердых тел являются пикнометрический, флотационный, гидростатический и рентгеновский. Пикнометрический метод заключается в определении массы и объема жидкости, вытесненной из специального сосуда (пикнометра) погруженным в него исследуемым образцом.

Сначала исследуемый образец взвешивается в воздухе. Затем в тщательно промытый и высушенный пикнометр заливают выше метки вспомогательную жидкость, нагревают до кипения для удаления газов и выдерживают в термостате до необходимой температуры (обычно  $20^\circ\text{C}$ ). От точности поддержания температуры зависит погрешность определения плотности. Так, при точности  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  погрешность не превышает несколько единиц в четвертом знаке. Излишек воды над меткой удаляют пипеткой или фильтровальной бумагой. После извлечения пикнометра из термостата, протирки, сушки и достижения температуры окружающей среды его взвешивают.

Аналогичные операции проводят и с пикнометром с погруженным в него образцом. В последнем случае уровень воды в пикнометре, помещенном в термостат, устанавливают по метке после погружения в жидкость образца.

Плотность образца для температуры  $t$

$$\rho_t = \frac{md_t - (m_2 - m_1)\sigma}{m_1 - (m_2 - m_1)},$$

где  $d_t$  — плотность вспомогательной жидкости при температуре  $t$ ;  $\sigma$  — плотность воздуха;  $m$  — масса образца в воздухе;  $m_1$  — масса пикнометра с вспомогательной жидкостью;  $m_2$  — масса пикнометра с образцом, погруженным во вспомогательную жидкость.

Точность определения пикнометрическим методом достигает  $5-10^{-5}$   $\text{г/см}^3$ . При флотационном методе подбирается жидкость с такой плотностью, кото-

рая сравнилась бы с плотностью помещенного в нее образца. Плотность и коэффициент объемного расширения жидкости должны быть известны с достаточной точностью. Метод используется для небольших образцов легких металлов ( $\rho = 2 \dots 3 \text{ г/см}^3$ ). Для этого метода созданы специальные установки — градиентные колонны, в которых можно создать стабильный по высоте градиент плотности. В такой колонне мерой плотности материала является высота, на которой он плавает в жидкости. Точность измерений флотационным методом равна  $5 \cdot 10^{-6} \text{ г/см}^3$ .

Для определения плотности твердого тела гидростатическим методом нужно последовательно взвесить это тело в воздухе и во вспомогательной жидкости. Плотность определяется по формуле

$$\rho_t = \frac{m_1 d_t m_2 \sigma}{m_1 - m_2},$$

где  $m_1$  — масса образца в воздухе;  $m_2$  — масса образца в жидкости при температуре  $t$ .

В исследованиях удобно использовать гидростатические весы Мора. При соотношении плеч весов 10 : 1 точность измерения возрастает в 10 раз по сравнению со взвешиванием на равноплечных весах. Можно также пользоваться пружинными весами Элиша, вертикальными весами Никольсона и т. п.

Прецизионное определение плотности может быть использовано даже для изучения точечных дефектов структуры реального кристалла. Относительное изменение плотности, вызванное наличием избыточных вакансий, требует чувствительности измерения более  $1 : 10^{-4}$ . Повышение чувствительности может быть достигнуто при одновременном взвешивании очень близких по массе и размеру образца и эталона из одного и того же материала (дифференциальный метод гидростатического взвешивания). Изменение плотности образца

$$\Delta \rho = \Delta m \rho / \rho_{ж} m,$$

где  $\Delta m$  — разность масс образца и эталона;  $m$  — масса образца;  $\rho$  — абсолютная плотность образца;  $\rho_{ж}$  — плотность жидкости.

Иногда вычисляют относительное изменение плотности:

$$\Delta \rho / \rho = \Delta m / \rho_{ж} m = \Delta m / V \rho_{ж}.$$

Точность определения плотности зависит от точности определения массы образца в жидкости. Желательно, чтобы плотность жидкости была близка к плотности исследуемого образца. У жидкости должны быть возможно малый коэффициент объемного расширения, достаточно низкая температура затвердевания и довольно высокая температура кипения, малое поверхностное натяжение, хорошая смачиваемость материала подвески. Диаметр нити подвески должен быть постоянным по всей длине. Перед взвешиванием нить следует тщательно очистить.

Рентгеновский метод позволяет получить представление о плотности элементарной ячейки кристаллической структуры. Метод основан на определении кристаллической плотности материала  $\rho$  по его атомной массе  $A$ , объему элементарной ячейки  $V$  и числу заключенных в ней атомов:

$$\rho = nA / NV,$$

где  $N$  — число Авогадро.

Объем ячейки вычисляют по ее измеренным параметрам (размерам ребер, осевых углов), а число атомов в ячейке определяется типом кристаллической решетки. Для многих исследуемых металлов значения  $A$  известны с достаточной точностью. Задача состоит в определении объема ячейки. Поддержание необходимых условий съемки позволяет получить достаточную точность расчета параметров решетки. Возможность точного определения интерференционных линий ухудшается при их размытии из-за микронискажений II рода, неоднородности твердого раствора и т. п. В этом случае рекомендуется съемка рентгенограмм с эталоном и последующее микрофотометрирование.

Точность определения плотности рентгеновским методом выше точности других методов вследствие наличия в реальном кристаллическом материале пор

и других макро- и микродефектов, снижающих плотность. Различие в значениях плотностей может дать информацию о несовершенствах кристаллической решетки.

Так, если макроскопическая плотность больше микроскопической, можно говорить о наличии внедренных атомов. В обратном случае в металле преобладают вакансии (дефекты Шоттки) или различного вида дислокации. Примеси могут по-разному воздействовать на плотность в зависимости от атомного диаметра, атомной массы, раствора внедрения или замещения.

## ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Дилатометрический анализ основан на изменении объема (длины) металла при нагревании. Это позволяет использовать дилатометрический метод для определения термического коэффициента линейного расширения. Так как фазовые превращения связаны с изменением удельного объема металла, то, изучая изменение длины образца в процессе нагрева, охлаждения или изотермической выдержки, можно определить температуру и время начала и конца превращения, а также критические точки.

Критические точки и области превращения при дилатометрическом анализе определяют на приборах, фиксирующих расширение образца в зависимости от температуры (простой дилатометр) или разность расширения образца и эталона в зависимости от температуры (дифференциальный дилатометр). Последний применяется чаще, так как при этом больше точность измерения.

При нагреве до критической точки металл расширяется равномерно. При переходе через критическую точку начинается полиморфное превращение. Так как коэффициенты линейного расширения разных фаз различны, нарушается равномерное удлинение образца. Каждая единица длины образца изменяется на некоторую величину за счет сжатия (расширения) в процессе превращения и увеличивается вследствие теплового расширения.

При нагреве выше конца полиморфного превращения нагреваемый образец удлиняется с иным коэффициентом расширения. Изменение коэффициентов линейного расширения приводит к тому, что при записи изменения длины образца или разности длины образца и эталона в зависимости от температуры на кривых образуются перегибы. При охлаждении процессы совершаются в обратном порядке, но вследствие температурного гистерезиса превращение будет сдвинуто в сторону более низких температур.

В большинстве дифференциальных методов используются трубки, в которые помещается образец и эталон. Трубки изготавливают из вещества, обладающего в исследуемом интервале температур постоянным коэффициентом линейного расширения и не претерпевающего полиморфных и фазовых превращений, чаще всего плавный кварц, обладающий устойчивой температурной зависимостью коэффициента линейного расширения до 1100 °С (табл. 23).

### 23. Средние коэффициенты линейного расширения $\alpha_{\text{кв}}$ плавного кварца

Интервалы температур, °С	—196—20	0—30	0—100	0—800	0—1200
$\alpha \cdot 10^6 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	0,256	0,420	0,500	0,546	0,585

Нижняя часть трубки с образцом нагревается, верхняя — выведена из нагретой зоны. Удлинение образца передается через кварцевый стержень, который находится в тех же температурных условиях, что и трубка, поэтому их тепловое расширение одинаково. Относительное смещение верхнего торца стержня и края трубки определяется только разностью удлинений образца и окружающей его нижней частью трубки. Зная коэффициент линейного расширения плавного кварца, легко рассчитать коэффициент линейного расширения исследуемого материала.

В качестве эталона применяют сплав пирок состава 82 % Ni; 7 % Cr; 5 % W; 3 % Fe; 3 % Mn, обладающий близкой к линейной температурной зависимостью

## 24. Коэффициент линейного расширения сплава

Температура, °C	0	50	100	150	200	250	300	350	400
$\alpha \cdot 10^6 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	12,57	19,19	13,73	14,22	14,69	15,13	15,56	15,99	16,41

коэффициента линейного расширения (табл. 24). Пирос испытывает при нагреве только магнитное превращение при 200 °C, которое практически не влияет на точность измерения. Расширение этого сплава обратимо и не меняется при многократных нагревах и охлаждениях.

Принцип действия дифференциальных dilatометров основан на одновременной записи кривых от расширения эталона и испытуемого образца. В dilatометре Шевенара головка устроена таким образом, что позволяет одновременно регистрировать разность изменения длины образца и эталона. Если расширяется лишь образец, а длина эталона остается неизменной, то один из углов треугольника головки перемещается по вертикали (что фиксируется световым зайчиком); если образец и эталон расширяются одновременно и одинаково, — по горизонтали. При неодинаковом расширении образца и эталона треугольник перемещается по наклонной линии выше или ниже горизонтали, что обуславливается знаком разности  $\Delta l_{\text{обр}} - \Delta l_{\text{эт}}$ .

Коэффициент линейного расширения образца

$$\alpha_{\text{обр}} = \pm \frac{K_1}{K_2} \operatorname{tg} \varphi (\alpha_{\text{эт}} - \alpha_{\text{кв}}) + \alpha_{\text{эт}}$$

где  $K_1$  — оптические увеличения по оси абсцисс;  $K_2$  — оптическое увеличение по оси ординат;  $\varphi$  — угол наклона dilatометрической кривой к оси абсциссы.

В dilatометре Болентрата изменено расположение образца и эталона (удлинению образца соответствует перемещение световой точки по вертикали, а удлинению эталона — по горизонтали). В этом случае коэффициент линейного расширения

$$\alpha_{\text{обр}} = \alpha_{\text{кв}} + \frac{K}{K_2} \operatorname{tg} \varphi (\alpha_{\text{эт}} - \alpha_{\text{кв}}).$$

В универсальном dilatометре Лейтца коэффициент линейного расширения определяется без эталона. Зеркальце по горизонтальной оси перемещается за счет ЭДС термопары, регистрирующей температуру образца, по вертикальной оси — за счет удлинения образца.

Для интервала температур  $t_1 - t_2$  коэффициент линейного расширения

$$\alpha = \frac{\Delta l_{t_1 - t_2}}{K_2 l_0 (t_2 - t_0)} + \alpha_{\text{кв}}$$

где  $l_0$  — начальная длина образца;  $\Delta l$  — удлинение образца в интервале температур  $t_1 - t_2$ ;  $t_2, t_1$  — начальная и конечная температуры интервала, в котором определяется коэффициент линейного расширения.

Dilatометрический анализ позволяет построить так называемые термокинетические диаграммы (диаграммы превращения переохлажденного аустенита при непрерывном охлаждении с различными скоростями).

Принцип действия dilatометра Г. С. Стрелкова основан на преобразовании поступательного движения, связанного с тепловым расширением исследуемого образца, во вращательное движение отражающего зеркала. Dilatометр может использоваться для прямого и дифференциального изменения расширения.

Этот принцип положен в основу высокочувствительного dilatометра конструкции Института металлфизики АН УССР. Нагрев или охлаждение образца и эталона происходит в инертной среде или вакууме. Интервал исследуемых температур расширен в сторону отрицательных температур (до  $-196 \text{ } ^\circ\text{C}$ ). Максимальное увеличение достигает 10 000, чувствительность  $0,6 \cdot 10^{-3} \%$ .

## пирос при различных температурах

450	500	550	600	650	700	750	800	850	900	950	1000
16,82	17,23	17,64	18,04	18,44	18,85	19,25	19,65	20,05	20,44	20,84	21,24

Помимо определения коэффициентов линейного расширения, dilatометрический анализ позволяет исследовать явления в металлах, протекающие при изменении температуры. С помощью dilatометров можно определить критические точки. Если скорость изменения температуры влияет на процесс превращения, dilatометры позволяют в условиях регулярного режима изучать превращения с помощью dilatометрического эффекта, не зависящего от скорости изменения температуры. При этом следует учитывать инерцию прибора. С помощью dilatометров можно моделировать процессы превращения, протекающие при непрерывном нагреве или охлаждении. Изменения объема, сопровождающие структурные превращения, фиксируются прибором, в результате чего устанавливаются температурные интервалы существования фаз.

## РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

В основе метода лежит явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллической решетке вещества.

С помощью рентгеноструктурного анализа определяют тип кристаллической решетки вещества и ее периоды, фазовый состав смеси (сплава), наличие преимущественных кристаллографических ориентировок (текстур), ориентировку кристаллов, наличие и величину внутренних напряжений, искажения кристаллической решетки, размеры кристаллитов и блоков мозаики, изменение сил междоатомной связи в кристаллической решетке. В последнее время разработаны рентгеновские методы изучения дислокационной структуры моно- и поликристаллов.

При рентгеноструктурном анализе объектом исследования является кристаллическая решетка. С его помощью можно исследовать процессы, происходящие при закалке и отпуске стали. Недостатком метода является трудность в некоторых случаях однозначной интерпретации получаемых дифракционных картин.

Рентгеноструктурным анализом пользуются для контроля и корректировки существующих технологических процессов, а также при создании новых технологических процессов и материалов.

Для рентгеноструктурного анализа используют образцы с плоской поверхностью либо тонкие цилиндрические столбики диаметром 0,5...1,5 мм. Максимальные размеры образцов с плоской поверхностью (шлифов) ограничиваются применяемой аппаратурой. Обычно используют образцы диаметром (или максимальным линейным размером в исследуемой плоскости) до 20 мм.

Методика приготовления шлифов для рентгеновского исследования отличается от методики приготовления металлографического шлифа. Исследуемую поверхность выравнивают шлифованием, а затем подвергают химическому или электролитическому травлению со снятием слоя не менее 0,1—0,2 мм. Химическое травление можно проводить в 10%-ном растворе азотной кислоты, царской водке, 5%-ном растворе плавиковой кислоты, в перекиси водорода (с последующей пассивацией погружением в пересыщенный водный раствор хромового ангидрида) и др. Электролитическое травление чаще всего проводят в режиме полировки. Обычно стремятся избежать избирательного травления отдельных фаз или структурных составляющих. В некоторых случаях, когда содержание исследуемой фазы слишком мало, можно проводить травление в режиме, приводящем к обогащению поверхностного слоя данной фазой. Операции шлифовки и травления имеют целью удалить поверхностный слой, структура которого изменена предыдущей обработкой (окисление, обезуглероживание, механический наклеп и т. д.). Их приводят в том случае, если целью рентгеноструктурного исследования не является изучение именно этих структурных изменений.

Столбики длиной 100—20 мм можно приготовить либо обработкой резанием, либо из готовой проволоки. После обработки резанием поверхностный слой удаляют травлением. Столбики и плоские образцы можно изготавливать также из порошковых материалов. Для этого порошок порошек набивают в капилляр либо наклеивают на тонкие стеклянные нити. Более детально методика приготовления образцов для рентгеноструктурного анализа описана в специальной литературе [47; 48; 56].

Установки для рентгеноструктурного анализа в зависимости от способа регистрации дифракционной картины можно разделить на две группы: установки с фотографической регистрацией и ионизационные установки или дифрактометры. К первой группе относятся установки УРС-60 и УРС-2,0, в которых использована схема удвоения, подающая на рентгеновскую трубку постоянное напряжение, равное удвоенному напряжению трансформатора. Установки допускают одновременную работу двух трубок при одном и том же напряжении. Амплитуда напряжения на трубке — до 60 кВ при токе через трубку до 20 мА. Специальные блокировочные устройства отключают высокое напряжение при прекращении подачи или стока воды, открывании двери оперативного стола, снятии крышки кожуха трубки, перегрузке трансформатора и переходе тока трубки за предельное значение.

Для работы фотометодом используют специальные камеры. Наиболее распространены камеры РКД (камера Дебая) и обратной съемки КРОС. Камера РКД представляет собой цилиндр с внутренним диаметром 57,3 мм, в центре которого помещается образец в виде столбика или пластинки размером не более  $10 \times 12 \times 5$  мм. По окружности внутренней цилиндрической поверхности камеры располагают рентгеновскую фотопленку. Величина внутреннего диаметра камеры выбрана из условия получения простого соотношения между углом скольжения и расположением линий на рентгенограмме: изменение угла скольжения на  $1^\circ$  приводит к смещению линии на рентгенограмме на 1 мм. Камера предназначена для исследования поликристаллических образцов в монохроматическом излучении с целью определения фазового состава.

Камера КРОС предназначена также для съемки рентгенограмм поликристаллических образцов. Однако при обратной съемке фиксируются линии с большими углами скольжения, что позволяет проводить прецизионные измерения периода кристаллической решетки с точностью до 0,000 01 мм. В комплект камеры входят дисковая секторная и цилиндрическая кассеты. При использовании дисковой секторной кассеты с крышкой, имеющей два симметрично расположенных выреза, на рентгенограмме получают симметрично расположенные интерференционные линии. Поворачивая крышку после каждого снимка, можно получить на одной пленке 6 рентгенограмм. Если крышка имеет один вырез, получают односторонние рентгенограммы. Съемка проводится со шлифа.

Установка УРС-2,0, наряду с камерами отечественного производства, комплектуется также камерами производства ГДР. Камера ИРК-3 аналогична камере КРОС; камера ДК-60 представляет собой обычную камеру Дебая, а ДК-114 — камеру такого же типа, но с удвоенным внутренним диаметром. В последнем случае увеличивается разрешение камеры и повышается точность определений.

Установки УРС-60 и УРС-2,0 принципиально могут быть использованы и при ионизационной регистрации интенсивности. Стабилизация режима работы достигается включением в схему электронного стабилизатора напряжения и стабилизатора анодного тока.

В лабораториях рентгеноструктурного анализа применяются дифрактометры УРС-50И, УРС-50ИИМ, ДРОН-1, ДРОН-2, установки, в которых благодаря ионизационной регистрации удается сразу фиксировать интенсивность дифрагированного излучения в функции угла скольжения и, таким образом, вести запись профиля рентгеновских дифракционных линий. Это позволяет более точно определять положение линий, их интенсивность и оценивать профиль без дополнительной операции — фотометрирования рентгенограмм.

Основным конструктивным элементом дифрактометра является гониометр — устройство, по окружности которого перемещается счетчик (сцинтилляционный или Гейгера), а в центре находится шлиф образца. В дифрактометрах осуществляется фокусировка по Брэггу—Брентано, т. е. «отражающие» кристаллографические плоскости в образце располагаются параллельно его поверхности. Пово-

рот образца и перемещение счетчика по окружности гониометра синхронизированы таким образом, что счетчик вращается с угловой скоростью, в два раза большей скорости вращения образца. Таким образом, в каждый момент времени счетчик находится под углом, в два раза большим по отношению к первичному пучку, чем образец.

Во всех дифрактометрах имеется возможность автоматической записи на ленте самопишущего потенциометра кривой распределения интенсивности с изменением углового положения счетчика и образца, причем самописец снабжается автоматическим отметчиком углов. Более точный результат можно получить путем измерения интенсивности рентгеновских лучей по точкам, определяя число импульсов, накапливаемых при данном угловом положении образца и счетчика за определенный отрезок времени. В установках УРС-50И и УРС-50ИМ такие определения выполняются вручную с помощью электромеханического счетчика. В дифрактометре ДРОН-1 шаговое движение выполняется автоматически, а измеренное число импульсов регистрируется цифрпечатающей машинкой. В конструкции дифрактометра ДРОН-2 предусмотрена возможность записи дифракционной картины не только на самопишущем потенциометре и цифрпечатающем устройстве, но и на перфоленте, которая может быть введена в ЭВМ для последующей обработки.

В зависимости от задач рентгеноструктурного анализа держатель образцов устанавливают в сменных приставках к гониометру. Приставки обеспечивают либо неподвижное положение образца, либо вращение его вокруг нормали к отражающей плоскости, либо колебания в малом интервале вокруг оси гониометра, либо возможность поворота вокруг дополнительных осей (приставки для исследования текстур в поликристаллических образцах и монокристаллов).

На дифрактометрах ДРОН-1 и ДРОН-2 можно проводить исследования в области высоких и низких температур. Для этого в комплекте с дифрактометром используют рентгеновскую высокотемпературную УВД-2000 или рентгеновскую низкотемпературную УРНТ-180 установку.

Дифрактометр ДРОН-2 одновременно с дифрактометрическими исследованиями позволяет проводить исследования с помощью фотографического способа регистрации дифракционной картины на выносной стойке.

Неизвестные кристаллические структуры чаще всего определяют на монокристаллах. Для установления симметрии и ориентировки кристалла используют метод Лауэ, в котором неподвижный монокристалл освещается пучком лучей со сплошным спектром. Полученная таким образом лауэграмма может быть проиндифферирована, и по ней определяют ориентировку кристалла. Для решения более полной задачи — установления формы и размеров элементарной ячейки применяют метод вращающегося кристалла. В этом методе используют монохромическое излучение, образец центрируют по известной кристаллографической оси и на рентгенограмме получают систему слоевых линий, для расшифровки которых строят зональные сетки обратной решетки. Подробное описание методики можно найти в учебниках и учебных пособиях по рентгенографии [16].

В последние годы для исследования монокристаллов применяют специальные автоматические дифрактометры ДАРМ-2,0, которые работают по программе, рассчитанной на электронной цифровой вычислительной машине и записанной на телеграфной ленте. Результаты измерений регистрируются на перфоленте цифрпечатающего устройства и на ленте самопишущего потенциометра [63].

В случае кубической, тетрагональной и гексагональной сингоний тип кристаллической решетки и ее периоды могут быть определены на поликристаллических образцах. Для определения кристаллической структуры целесообразно проводить съемку рентгенограмм в камере Дебая или записывать дифрактограмму в широком диапазоне углов скольжения.

Для определения периодов кристаллической решетки используют прецизионную съемку в камере типа КРОС с эталоном. Фокусируют линии с максимально возможными углами скольжения. Рекомендуемые условия съемки для наиболее характерных случаев приведены в работе [56]. Для повышения точности определения в работе [63] рекомендуется в секторных вырезках кассеты сделать выступы, торцевые грани которых лежат на оси секторов крышки. На пленке получают теневые изображения выступов, и разметка рентгенограммы по диаметру облегчается.

При получении фотометрических кривых, а также в случае записи профиля линии на дифрактометре рекомендуется определять положение центра тяжести линии.

Чувствительность фазового рентгеноструктурного анализа зависит от ряда факторов и может изменяться от десятых долей процента до 6 %. Так, остаточный аустенит в закаленной стали обычными методами обнаруживается лишь при содержании 4—5 %; линии цемента заметны на рентгенограмме при его содержании не менее 5—6 %. Для более детального изучения фазового состава карбидов в легированных сталях обычно предварительно электролитическим путем выделяют карбидную фазу и рентгенограмму снимают с электролитически выделенных осадков.

Практически для выполнения фазового анализа по экспериментальной рентгенограмме определяют межплоскостные расстояния или точнее отношения  $d/n$  ( $n$  — порядок отражения), выдвигают гипотезу о присутствии в сплаве тех или иных фаз и сравнивают экспериментальные значения  $d/n$  с табличными значениями для предполагаемых фаз. Предположение о наличии фаз в сплаве делают на основе анализа диаграмм состояния или имеющегося опыта работы с аналогичными системами. Необходимо учитывать, что при относительно малом содержании какой-либо фазы в сплаве на рентгенограмме могут присутствовать не все линии этой фазы, а лишь наиболее интенсивные. Надежное заключение о присутствии искомой фазы может быть сделано при наличии на рентгенограмме по крайней мере трех наиболее интенсивных линий. Таблицы межплоскостных расстояний для основных фаз, встречающихся в сплавах, можно найти в литературе [47; 48; 52].

Выявление слабых дифракционных линий повышает чувствительность рентгеновского фазового анализа. Интенсивность линий основной и второй фазы регистрируют одновременно на двух потенциометрах ЭПП в двух масштабах. Второй прибор ЭПП настраивают так же, как и основной, а диапазон выбирается таким образом, чтобы дифракционные линии второй фазы выписывались на уровне, удобном для расшифровки.

Для выполнения количественного фазового анализа применяют методы гомологических пар, независимого эталона, подмешивания, наложения. Таблицы гомологических пар для наиболее часто встречающегося в металловедческой практике случая — определения содержания остаточного аустенита в закаленной стали — приведены в работах [52; 56], таблицы гомологических пар для фазового анализа ( $\alpha + \beta$ )-латуней, компонентов окалины и других — в работе [48].

Рентгенографическое определение периода кристаллической решетки в сочетании с прецизионным измерением плотности используют в физическом металловедении для установления типа твердого раствора. По полученным данным рассчитывают число атомов, приходящихся в твердом растворе на одну элементарную ячейку. Если это число оказывается равным числу атомов в элементарной ячейке растворителя, твердый раствор построен по типу замещения, если больше — по типу внедрения, меньше — по типу вычитания.

Целью рентгеноструктурного анализа твердых растворов может быть также определение границы растворимости компонентов. Метод основан на том, что при изменении концентрации твердого раствора изменяется период его решетки. В двухфазной области концентрации твердого раствора и период решетки остаются неизменными.

Исследование твердых растворов связано с рентгенографированием процессов закалки и отпуска стали. Содержание углерода в мартенсите и остаточного аустенита в закаленной стали может свидетельствовать о качестве выполнения термической обработки. Содержание углерода в отпущенном мартенсите используется для анализа процессов отпуска. Степень тетрагональности мартенсита  $c/a$  прямо пропорциональна содержанию в нем углерода. Чем больше степень тетрагональности, тем дальше друг от друга расположены составляющие мартенситного дублета (110) — (011), (101), (002) — (020), (200) и др. Если эти составляющие четко разделены, определение периодов решетки  $c$  и  $a$ , степени тетрагональности  $c/a$ , а следовательно, содержания углерода в мартенсите не вызывает затруднений.

Однако при содержании углерода в мартенсите С (0,6 ... 0,7) % дублет не разделяется. Для его разделения существует ряд методов [47; 48; 65]. Определив

с их помощью междублетное расстояние, можно найти концентрацию углерода в мартенсите. Используют способ определения степени тетрагональности мартенсита по смещению дифракционного максимума линии (222). По содержанию углерода в мартенсите можно определить, например, качество цементованного слоя стали [48]. Проводя последовательное сошлифовывание или стравливание слоев, можно оценить изменение содержания углерода по глубине слоя. Аналогично может быть оценено состояние обезуглероженного слоя.

Применяя методы структурного рентгеноанализа, можно изучать процессы распада пересыщенного твердого раствора и новую фазу, возникающую в результате распада. Естественно, процессы распада пересыщенного твердого раствора сопровождаются изменением периода его решетки. Однако было установлено, что изменение свойств начинается значительно раньше, чем наблюдается изменение периода решетки. Эффективным методом изучения начальных стадий распада пересыщенных твердых растворов является исследование монокристаллов по методу Лауэ [16].

Рентгеновский метод определения внутренних макронапряжений (напряжений I рода) является единственным методом, позволяющим выполнить подобное определение без разрушения изделия. Метод основан на том, что внутренние напряжения в твердом теле сопровождаются упругой деформацией кристаллической решетки, а следовательно, изменением межплоскостных расстояний, что приводит к смещению линий на рентгенограмме. Поскольку приходится фиксировать небольшие смещения линий, съемку, как правило, выполняют с эталоном.

Рентгенографический метод позволяет определять напряжения только в тонком поверхностном слое изделия или, точнее, среднюю величину напряжений в так называемом слое полупоглощения. Обычно рентгенографически определяют сумму главных напряжений  $\sigma_1 + \sigma_2$ . Наибольшее распространение получил предложенный Д. М. Васильевым метод  $\sin^2 \varphi$ , в котором выполняется несколько снимков под разными углами к поверхности [16]. Возможно также раздельное определение главных напряжений. Соответствующая методика была предложена Б. Я. Пинесом (метод четырех снимков) [52].

При определении внутренних напряжений в закаленных и низкоотпущенных сталях возникают затруднения, связанные со значительным размытием рентгеновских дифракционных линий. Для этого случая предложен метод  $\sin^2 \varphi$  с введением некоторых поправок.

Для определения напряжений в крупногабаритных изделиях после закалки и низкого отпуска используются наплавленные датчики. В соответствующих местах поверхности изделия наносят точечную наплавку из сплава, не претерпевающего в процессе закалки фазовых превращений, например, из аустенитной стали. Напряженное состояние в наплавленном датчике отражает в достаточной мере состояние соответствующего участка изделия.

На рентгенограммах деформированных или термически упрочненных (закаленных и отпущенных) металлов наблюдается заметное уширение рентгеновских дифракционных линий, что можно объяснить либо чрезвычайно сильным измельчением блоков ( $< 10^{-5}$  см), либо различным значением периода решетки в разных блоках или в пределах одного блока вследствие упругих напряжений (напряжения II рода, или микронапряжения). Для раздельного определения микронапряжения и размеров блоков используют методы аппроксимации, гармонического анализа формы интерференционной линии, а также метод моментов. Во всех случаях используют эталоны-образцы из того же материала, но обработанные таким образом, чтобы в них отсутствовали микронапряжения, а блоки имели достаточные размеры. Это необходимо для исключения влияния на ширину линии геометрических факторов съемки. Следует отметить, что разделение эффектов микроскажений и блоков может быть выполнено достаточно надежно лишь в том случае, если оба фактора оказывают достаточно заметное влияние на ширину линии.

Уширение рентгеновской линии связывается с параметрами дислокационной структуры, что явилось основой методики определения плотности дислокаций по данным о размерах блоков мозаики и о величине микронапряжений. Однако она лишь качественно оценивает изменение плотности дислокаций в материале в зависимости от обработки.

На уширение рентгеновских дифракционных линий влияют также дефекты упаковки. Их влияние аналогично влиянию дисперсности блоков. Дефекты упаковки вызывают также смещение линий на рентгенограмме, причем отражения разных порядков от одних и тех же кристаллографических плоскостей, например (111) и (222) или (200) и (400), смещаются в противоположных направлениях. По величине этого смещения и определяют концентрацию дефектов упаковки. Затем может быть введена и поправка на величину блоков [16].

В пластически деформированных металлах имеют место также искажения, связанные с отклонением отдельных атомов из положения равновесия (статические искажения). Такие искажения возникают вокруг дислокаций, вакансий, внедренных атомов, а также атомов замещения в твердых растворах. Статические искажения, вызванные смещением атомов из них нормальных положений, должны давать такой же эффект, как и смещения атомов в результате тепловых колебаний (динамические искажения). Эффект этот заключается в ослаблении интенсивности рентгеновских дифракционных линий.

Статические искажения существуют всегда одновременно с динамическими. Поэтому на интенсивность линий рентгенограммы влияют оба фактора. Различная зависимость от температуры позволяет отдельно оценить эти факторы. Практически для этого необходимо проводить рентгенографирование при двух температурах: комнатной и температуре жидкого азота. В результате определяют динамические и статические искажения, а также характеристическую температуру [16; 52], которую можно рассматривать как меру сил межатомных связей. Определение характеристической температуры представляет, например, интерес для оценки влияния легирования на величину сил межатомного взаимодействия и др.

В практике металловедческих исследований некоторое применение находят рентгенографические методы определения размеров зерен, причем выбор метода зависит от предполагаемой величины зерна [16]. Чаще всего для этой цели используют методы подсчета пятен на интерференционных линиях.

В случае очень мелких кристаллитов (размером около 10 нм) применяют метод малоуглового рассеяния рентгеновских лучей, для чего используют установку КРМ-1.

В металловедении широко используют рентгеновский анализ преимущественных ориентировок (текстур) в металлах и сплавах. Для этого используют методы фотографической регистрации, а также дифрактометрический метод. Для изучения текстур применяют специальную приставку ГП-2.

Для изображения ориентации кристаллов при наличии текстуры используют полюсные фигуры, являющиеся стереографическими проекциями нормалей к плоскостям определенного типа  $\{hkl\}$ . Чаще всего используют обратные полюсные фигуры, на которых у соответствующих выходов нормалей проставляют вероятность совпадения с ними некоторых технологически важных направлений, например, направления прокатки.

Наиболее удобно выполнять текстурные исследования с помощью специализированного автоматического рентгеновского дифрактометра ДРОН-2,0 [63], который автоматически с высокой точностью и малой затратой времени регистрирует полюсные фигуры. Съемка по точкам и вывод данных на перфоратор позволяют обрабатывать результаты с помощью вычислительных машин.

1. Арсентьев П. П. Методы изучения неметаллических включений.— М. : Металлургия, 1969.— 124 с.
2. Атлас дефектов стали.— М. : Металлургия, 1979.— 188 с.
3. Беккерт М., Клемм Х. Справочник по металлографическому травлению : Пер. с нем.— М. : Металлургия, 1979.— 336 с.
4. Богомолова Н. А. Практическая металлография.— М. : Высш. шк., 1979.— 272 с.
5. Браун М. П. Природа излома перегретой стали.— К. : Изд-во АН УССР, 1954.— 286 с.
6. Браун М. П. Влияние малых добавок на излом стали.— К. : Изд-во АН УССР, 1954.— 64 с.
7. Браун М. П. Излом и хрупкость конструкционной легированной стали.— М. ; К. : Машгиз, 1960.— 286 с.
8. Браун М. П., Коваленко В. С., Зац Е. Л. Методы количественной оценки плотности дендритной структуры.— Завод. лаб., 1969, № 1, с. 36—39.
9. Брик С. Д. Методы определения неметаллических включений в стали.— Бюл. ЦНИИЧермета, 1959, № 13, с. 26—35.
10. Верх Х. Электронная микроскопия.— В кн.: Испытание материалов : Справочник — М. : Металлургия, 1979, с. 215—224.
11. Винокур Б. Б., Пилюшенко В. Л., Касаткин О. Г. Структура конструкционной легированной стали.— М. : Металлургия, 1983.— 200 с.
12. Возникновение сетчатых трещин на поверхности непрерывных слэбов / Н. Ф. Наконечный, Р. Я. Якобше, А. М. Кондратюк и др.— В кн.: Проблемы стального слитка : Тр. V конф. по слитку.— М. : Металлургия, 1974, с. 648—659.
13. Глаголев А. А. Геометрические методы количественного анализа под микроскопом.— М. : Госгеологиздат, 1941.— 184 с.
14. Голиков И. Н. Дендритная ликвация в стали.— М. : Металлургиздат, 1958.— 206 с.
15. Гордеева Г. А., Жегина И. П. Анализ изломов при оценке надежности материалов.— М. : Машиностроение, 1978.— 198 с.
16. Горелик С. С., Расгоргуев Л. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электроннографический анализ металлов (с приложением).— М. : Металлургия, 1970.— 256 с.
17. Грабин В. Ф., Денисенко А. В. Металловедение сварки низко- и среднелегированных сталей.— К. : Наук. думка, 1978.— 276 с.
18. Гуляев Б. Б. Затвердевание и неоднородность сталей.— М. ; Л. : Машгиз, 1950.— 228 с.
19. Ефимов В. А. Разливка и кристаллизация стали.— М. : Металлургия, 1976.— 552 с.
20. Зеленова В. Д. Механизм вязкого и хрупкого разрушения и методы оценки сопротивления разрушению металлов и сплавов.— М. : Машиностроение, 1975.— 40 с.
21. Зеленский Г. К. Фрактографическая головка для металлографического исследования и измерения твердости.— Завод. лаб., 1971, № 7, с. 867—868.
22. Иванова В. С., Терентьев В. Ф. Природа усталости металлов.— М. : Металлургия, 1975.— 456 с.
23. Испытание металлов: Справочник.— М. : Металлургия, 1979.— 448 с.
24. Исследование характера разрушения материала на основе никель — хром при повышенных температурах / С. Е. Кондратюк, Г. Г. Львова, И. Д. Радомысельский и др.— Порошковая металлургия, 1979, № 6, с. 63—68.

25. Касаткин Б. С. Структура и микромеханизм хрупкого разрушения стали.— К.: Техника, 1964.— 264 с.
26. Качество слитка спокойной стали / М. И. Колосов, А. И. Строганов, Ю. Д. Смирнов и др.— М.: Металлургия, 1973.— 408 с.
27. Коваленко В. С. Приставка для исследования изломов под микроскопом.— Завод. лаб., 1960, № 3, с. 369—370.
28. Коваленко В. С., Зац Е. Л., Черкасова В. П. Метод сравнительной оценки загрязненности включениями литой стали.— Завод. лаб., 1971, № 6, с. 696—697.
29. Коваленко В. С., Зац Е. Л., Черкасова В. П. Металлографический метод оценки загрязненности деформированной стали.— Завод. лаб., 1972, № 8, с. 959—961.
30. Коваленко В. С. Металлографические реактивы: Справочник.— М.: Металлургия, 1981.— 120 с.
31. Клячко Ю. А., Атласов А. Г., Шапиро М. М. Анализ газов и включений в стали.— М.: Металлургиздат, 1958.— 596 с.
32. Кондратюк С. Е. Фрактография и вязкость конструкционной стали.— К.: О-во «Знание» УССР, 1981.— 20 с.
33. Коновалов Ю. В., Наяга Г. И., Савронский К. Н. Справочник прокатчика.— М.: Металлургия, 1977.— 312 с.
34. Королев Н. В., Рыльникова А. Г. Разработка методики определения минералогического состава неметаллических включений в отраженном и поляризованном свете.— Тр. ЦНИИчермета, 1964, вып. 38, с. 76—78.
35. Коцаньда С. Усталостное разрушение металлов: Пер. с пол.— М.: Металлургия, 1976.— 454 с.
36. Лаборатория металлографии / Е. В. Панченко, Ю. А. Скаков, Б. М. Кример и др.— М.: Металлургия, 1965.— 440 с.
37. Латаш Ю. В., Медовар Б. И. Электрошлаковый переплав.— М.: Металлургия, 1970.— 240 с.
38. Лившиц Л. С. Металловедение для сварщиков.— М.: Машиностроение, 1979.— 264 с.
39. Литвинова Т. И., Пирожкова В. П., Петров А. К. Петрография неметаллических включений.— М.: Металлургия, 1972.— 184 с.
40. Логинов М. Ф., Ерманович Н. А. Разделение и анализ включений в стали.— Завод. лаб., 1959, № 5, с. 571—573.
41. Лукашевич-Дуванова Ю. Т. Шлаковые включения в железе и стали.— М.: Металлургия, 1952.— 364 с.
42. Малинкина Е. И. Образование трещин при термической обработке.— М.: Машгиз, 1958.— 176 с.
43. Мальцев М. В., Барсукова Г. А., Борин Ф. А. Металлография цветных металлов и сплавов.— М.: Металлургиздат, 1962.— 372 с.
44. Металлография железа (с атласом микроструктур).— М.: Металлургия, 1972.— 760 с.
45. Металлография титановых сплавов / Е. А. Борисова, Г. А. Бочвар, М. Я. Браун и др.— М.: Металлургия, 1980.— 464 с.
46. Методика и практика металлографического исследования инструментальной стали.— М.: Машгиз, 1961.— 228 с.
47. Миркин Л. И. Рентгеноструктурный анализ. Получение и измерение рентгенограмм: Справ. руководство.— М.: Наука, 1976.— 328 с.
48. Миркин Л. И. Рентгеноструктурный контроль машиностроительных материалов: Справочник.— М.: Машиностроение, 1979.— 134 с.
49. Муравьев В. Н. К методике исследования выделенных неметаллических включений в отраженно-проходящем свете.— Завод. лаб., 1969, № 5, с. 574—575.
50. Нарита К. Кристаллическая структура неметаллических включений.— М.: Металлургия, 1969.— 192 с.
51. Новые металлографические методы сравнительных исследований слитков / М. П. Браун, В. С. Коваленко, Е. Л. Зац и др.— В кн.: Проблемы стального слитка: Тр. V конф. по слитку.— М.: Металлургия, 1974, с. 246—249.
52. Пинес Б. Я. Лекции по структурному анализу.— Харьков: Вища школа. Изд-во при Харьк. ун-те, 1967.— 476 с.

53. Попилов Л. Я., Зайцева Л. П. Электрополировка и электротравление металлографических шлифов.— М.: Металлургиздат, 1963.— 410 с.
54. Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Классификация видов повреждений разрушения (изломов) металлов: Рекомендации.— М.: ВНИИ-нормализации в машиностроении, 1979.— 46 с.
55. Реактивы для выявления макро- и микроструктур сварных соединений / В. Ф. Грабин, А. В. Денисенко, Д. П. Новикова и др.— К.: Наук. думка, 1977.— 120 с.
56. Рентгенография в физическом металловедении / Ю. А. Багаряцкий, Я. М. Головчинер, В. А. Ильина и др.— М.: Металлургиздат, 1961.— 368 с.
57. Романів О. М., Зима Ю. В., Карпенко Г. В. Електронна фрактографія зміцнених сталей.— К.: Наук. думка, 1974.— 208 с.
58. Рутес В. С., Аскольдов В. И., Евтеев Д. П. Теория непрерывной разливки.— Журн. техн. физики, 1951, с. 21, № 2, с. 249—256.
59. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография.— М.: Металлургия, 1976.— 272 с.
60. Смитлз К. Дж. Металлы: Справочник: Пер. с англ.— М.: Металлургия, 1980.— 448 с.
61. Томашов Н. Д. Теория коррозии и защиты металлов.— М.: Изд-во АН СССР, 1959.— 592 с.
62. Трофимчук Б. Д. Дефекты прокатной стали.— М.: Металлургиздат, 1954.— 632 с.
63. Уманский Я. С. Рентгенография металлов.— М.: Металлургия, 1967.— 236 с.
64. Уразова В. А., Виноград М. И. К методике определения неметаллических включений в трансформаторной стали.— Завод. лаб., 1968, № 7, с. 812—813.
65. Утевский Л. М. Дифракционная микроскопия в металловедении.— М.: Металлургия, 1973.— 584 с.
66. Фрактография, прокаливаемость и свойства сплавов / М. П. Браун, Ю. С. Веселовский, Б. Б. Винокур и др.— К.: Наук. думка, 1966.— 310 с.
67. Физико-химические исследования металлов: Сб. науч. тр. ЦНИИтехнологии машиностроения / Под ред. Н. И. Еремина.— М.: Mashgiz, 1953.— 248 с.
68. Фридман Я. Б., Гордеева Г. А., Зайцев А. М. Строение и анализ изломов.— М.: Mashgiz, 1960.— 128 с.
69. Фридман Я. Б. Механические свойства металлов: В 2-х т.— М.: Машиностроение, 1974.— Т. 1. 472 с.
70. Фролова Л. А., Файвелевич Г. А., Маркова Д. Н. Цветная металлография карбидов.— В кн.: Новые методы испытания металлов.— М.: Металлургия, 1972, с. 9—15.
71. Хайденрайх Р. Основы просвечивающей микроскопии.— М.: Мир, 1966.— 468 с.
72. Химушин Ф. Ф. Нержавеющие стали.— М.: Металлургия, 1967.— 798 с.
73. Хорн Ф. Атлас структур сварных соединений.— М.: Металлургия, 1977.— 288 с.
74. Червяков А. Н., Киселева С. А., Рыльников А. Г. Металлографическое определение включений в стали.— М.: Металлургиздат, 1962.— 248 с.
75. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии.— М.: Мир, 1972.— 300 с.
76. Шульте Ю. А. Контроль неметаллических включений в литой стали.— Литейное пр-во, 1968, № 1, с. 46—48.
77. Электронная микроскопия тонких кристаллов / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон и др.— М.: Мир, 1968.— 574 с.
78. Электронная и оптическая фрактография: Метод. рекомендации.— М.: Всесоюз. ин-т легких сплавов, 1972.— 24 с.
79. Явойский В. И. Газы и включения в стальном слитке.— М.: Металлургия, 1955.— 248 с.
80. Grundzüge der Fraktographie von Eisenwerkstoffen.— Radex Rundschau, 1978, H. 3/4, S. 591—673.

	Стр.
<b>Предисловие</b> . . . . .	3
<i>Глава I</i>	
<b>Макроструктурный анализ</b> . . . . .	4
Отбор проб и изготовление макротемплетов . . . . .	4
Макроскопические методы исследования . . . . .	5
Дефекты макроструктуры . . . . .	10
<i>Глава II</i>	
<b>Подготовка образцов для микроскопического исследования</b> . . . . .	16
Отбор образцов для микроструктурного анализа . . . . .	16
Шлифовка и полировка образцов . . . . .	16
Особенности подготовки микрошлифов металлов и сплавов . . . . .	21
Химическое травление образцов для микроскопического исследования . . . . .	25
Электролитическое травление образцов для микроструктурного анализа . . . . .	31
Тепловое травление . . . . .	33
Магнитный метод выявления структуры . . . . .	34
<i>Глава III</i>	
<b>Микроструктурный анализ</b> . . . . .	35
Световые и электронные микроскопы. Методы исследования . . . . .	35
Микроструктура стали и чугуна . . . . .	40
Зерно в стали . . . . .	45
Обезуглероженный слой . . . . .	51
Межкристаллитная коррозия . . . . .	52
Количественный структурный анализ . . . . .	54
<i>Глава IV</i>	
<b>Анализ неметаллических включений в стали</b> . . . . .	62
Химический метод . . . . .	62
Петрографический метод . . . . .	63
Физические методы . . . . .	65
Металлографический метод . . . . .	66
Количественная оценка загрязненности стали неметаллическими включениями . . . . .	68
<i>Глава V.</i>	
<b>Фрактография</b> . . . . .	73
Классификация изломов и их характерные признаки . . . . .	74
Макроскопическая фрактография . . . . .	75
Микроскопическая фрактография . . . . .	84
Основные типы микрорельефа изломов при внутризеренном разрушении . . . . .	87
Особенности микрорельефа изломов при межзеренном разрушении . . . . .	95
<i>Глава VI</i>	
<b>Исследование качества слитка</b> . . . . .	97
Цели и задачи исследования . . . . .	97
Макроструктура слитка . . . . .	99

Дефекты слитка . . . . .	100
Особенности строения слитка, полученного на МНЛЗ . . . . .	103
Особенности строения слитка ЭШП . . . . .	105

*Глава VII*

<b>Оценка качества деформированного металла . . . . .</b>	<b>106</b>
Исследование причин разрушения деталей . . . . .	106
Изучение природы дефектов катаного и ковального металла . . . . .	109
Исследование сварных соединений . . . . .	116
Неразрушающие методы контроля макродефектов . . . . .	119

*Глава VIII*

<b>Физические методы в металловедении . . . . .</b>	<b>121</b>
Определение плотности металла . . . . .	121
Дилатометрический анализ . . . . .	123
Рентгеноструктурный анализ . . . . .	125
Список литературы . . . . .	131

*Виталий Лаврентьевич Пилошенко, д-р техн. наук*  
*Бертольд Бенционович Винокур, д-р техн. наук*  
*Станислав Евгеньевич Кондратюк, канд. техн. наук*  
*Евгения Львовна Зац, канд. техн. наук*  
*Римма Александровна Пилошенко*  
*Лидия Николаевна Кологривова*

#### **Справочник по практическому металловедению**

Редактор *Л. А. Казанцева*  
Оформление художника *В. С. Шапошникова*  
Художественные редакторы *Л. А. Дикарев, Н. Ф. Соловьева*  
Технический редактор *С. В. Иванус*  
Корректоры *Н. В. Тарабан, Л. В. Ляшенко*

Информ. бланк № 2318

Сдано в набор 30.01.84. Подписано в печать 03.07.84. БФ 36821. Формат 60×90<sup>1/16</sup>. Бумага типографская № 1. Гарн. лит. Печ. выс. Усл. печ. л. 8,5. Усл. кр.-отт. 8,75. Уч.-изд. л. 12,96. Тираж 8500 экз. Зак. № 4-333. Цена 1 р. 10 к.

Издательство «Техника», 252601, Киев, 1, Крещатик, 5.

Отпечатано с матриц Головного предприятия республиканского производственного объединения «Полиграфкнига» на Харьковской книжной фабрике «Коммунист», 310012, Харьков-12, Энгельса, 11.