

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ПЕТРА ВЕЛИКОГО

Институт машиностроения, материалов и транспорта
Высшая школа физики и технологий материалов

А. А. Кур П. В. Ковалев С. В. Рябошук

ОСНОВЫ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ
МЕТОДЫ И ИНСТРУМЕНТЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ

Учебное пособие



ПОЛИТЕХ-ПРЕСС

Санкт-Петербургский
политехнический университет
Петра Великого

Санкт-Петербург

2023

ББК 34.3:30.3я73
К93

Р е ц е н з е н т – кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры ТХОМД СПбГМТУ *С. Г. Петрова*

Кур А. А. **Основы металлургической экспертизы. Методы и инструменты исследования** : учеб. пособие / А. А. Кур, П. В. Ковалев, С. В. Рябошук. – СПб. : ПОЛИТЕХ-ПРЕСС, 2023. – 82 с.

В учебном пособии представлены основные методы и инструменты, используемые при проведении металлургической экспертизы. Приведены ключевые понятия и подходы, применяемые в экспертной оценке изделий из сталей и сплавов. Рассмотрены инструменты исследования металлических материалов, области их применения и базовые принципы, на которых они основаны. Приводится информация об основах стереометрической металлографии и их применении в современных стандартах оценки качества сталей и сплавов.

Настоящее учебное пособие предназначено для студентов вузов, обучающихся в бакалавриате и магистратуре по направлениям подготовки «Металлургия» и «Материаловедение и технологии материалов». Оно также может быть использовано при обучении в системах повышения квалификации и в учреждениях дополнительного профессионального образования.

Печатается по решению
Совета по издательской деятельности Ученого совета
Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

ISBN 978-5-7422-8093-4

© Кур А. А., Ковалев П. В.,
Рябошук С. В., 2023
© Санкт-Петербургский политехнический
университет Петра Великого, 2023

Оглавление

| | |
|--|----|
| Оглавление | 3 |
| 1. Понятие металлургической экспертизы | 4 |
| 2. Определение фазового и структурного состава сталей..... | 6 |
| 3. Подготовка образцов..... | 7 |
| 3.1. Выбор плоскости исследования..... | 9 |
| 3.2. Вырезка образцов | 10 |
| 3.3. Заливка и запрессовка образцов | 13 |
| 3.4. Шлифование и полирование образцов..... | 16 |
| 3.5. Дефекты шлифподготовки | 20 |
| 4. Механические испытания сталей и сплавов..... | 22 |
| 5. Химический анализ металлов и сплавов | 29 |
| 6. Газовый анализ металлов и сплавов..... | 32 |
| 7. Рентгеноструктурный анализ..... | 35 |
| 8. Травление металлографических образцов с целью выявления структуры... 36 | |
| 8.1. Механизмы травления | 39 |
| 8.2. Часто используемые методики травления | 41 |
| 9. Оптическая микроскопия | 44 |
| 9.1. Методы контрастирования в оптической микроскопии | 50 |
| 10. Сканирующий электронный микроскоп..... | 56 |
| 10.1. Методы контрастирования в СЭМ..... | 58 |
| 11. Стереометрическая металлография..... | 63 |
| 12. Стандартные методики контроля структуры сталей | 67 |
| 12.1. Оценка размера зерна на примере ГОСТ 5639-82 | 67 |
| 12.2. Оценка неметаллических включений на примере ГОСТ 1778-70 | 73 |
| 12.3. Оценка полосчатости структуры стали на примере ГОСТ 5640-2020 .. | 75 |
| Список литературы..... | 80 |

1. Понятие металлургической экспертизы

Металлургическая экспертиза – это комплекс различных методов исследования, направленных на выявление несоответствий качества металлопродукции предъявляемым к ней требованиям, а также определение причин разрушения металлических изделий или появления в них дефектов.

В рамках металлургической экспертизы наиболее часто применяют следующие виды исследований:

- химический анализ;
- фрактографическое исследование;
- металлографическое исследование;
- моделирование металлургических процессов;
- другие методы (рентгеновский анализ, анализ технологии и т.д.).

Химический анализ материала необходим для выявления отклонений состава исследуемых сталей и сплавов от заявленной марки, обнаружения химических неоднородностей и определения состава неметаллических включений в металле, которые зачастую становятся основной причиной брака.

- *Общий химический анализ* – определение общего состава сталей и сплавов с использованием спектральных методов, таких как стилоскопия, оптико-эмиссионная спектрометрия, атомно-абсорбционная спектрометрия и т. д.
- *Газовый анализ* – метод определения содержания кислорода, азота и водорода в сталях. Основным методом газового анализа является метод восстановительной плавки.
- *Рентгеновский микроанализ* – это аналитический метод, используемый для элементного анализа или химической характеристики фаз и структурных компонентов в образце.

Фрактографическое исследование используется для определения механизма разрушения металла, а также играет большую роль при пробоотборе для дальнейших исследований.

Фрактография позволяет определить:

- характер нагрузки, приведший к разрушению: динамический, статический, циклический;
- вид разрушения: вязкий, хрупкий, смешанный;
- локализация очага разрушения, зон роста трещины и долома.

В этом виде исследований применяют также и атласы эталонных изображений для классификации разрушения дефектов и поиска признаков

дефектов материала, что позволяет значительно упростить выявление причин разрушения.

Металлографическое исследование используют для непосредственного изучения структуры металлов и сплавов и обнаружения структурных признаков дефектов.

Металлографическое исследование, как правило, начинается с *макроскопического исследования*, где на основании структуры, различимой невооружённым глазом выбираются области для дальнейшего микроскопического исследования, а также делается предварительная классификация и оценка особенностей дефекта.

Микроскопическое исследование включает в себя общую оценку микроструктуры, определение структурных составляющих, их взаимного расположения, размера и морфологии, выявление признаков дефектов в материале, а также оценку неметаллических включений (НВ).

Электронная микроскопия позволяет выявить субструктуру металла и НВ, а также их фазовый состав.

В рамках металлографических исследований для выявления зёрновой структуры, распределения фаз и структурных составляющих, распределения микродефектов и сегрегаций по отношению к структуре и т. д. используются различные методы выявления структуры, в том числе *травление*. Травлёная структура может быть оценена количественно, что используют для выявления взаимосвязей «технология-структура-свойство».

Моделирование металлургических процессов позволяет обосновать предполагаемые механизмы формирования дефектов и подбирать на основании этого возможные способы их устранения. Подробнее с методами моделирования можно ознакомиться в приведённых ниже источниках.

Термодинамическое моделирование фазообразования в жидких, затвердевающих и твёрдых сталях и сплавах используется для прогноза состава неметаллических включений, фазового состава, прогноза результатов некоторых видов термообработки и т. д. Метод позволяет получать диаграммы состояний сложных систем, а также прогнозировать количество и порядок формирования фаз при затвердевании расплавов [1].

Моделирование литейных процессов позволяет прогнозировать дефекты и сегрегации, а также описывать механизмы формирования литой структуры в различных частях отливок [2].

Термомеханическое моделирование (например, комплекс Gleeble) позволяет в рамках эксперимента на малых масштабах моделировать изменение

структуры и свойств во время различных производственных термомеханических процессов, таких как горячая прокатка, ковка и другие [3].

Помимо вышеуказанных методов в зависимости от задачи могут быть использованы и другие методы. Так, например, при поиске причин массового брака достаточно часто проводится анализ технологии производства, а при исследовании структур новых материалов и видов обработки могут быть использованы рентгеновский анализ и метод дифракции обратно-рассеянных электронов (Electron Backscatter Diffraction, EBSD).

2. Определение фазового и структурного состава сталей

Перед началом исследования металлических материалов крайне важно знать, какая структура для них характерна. В то же время при экспертизе металлопродукции, как правило, приходится иметь дело с отклонением свойств и строения материала от нормы. В этом случае фазовый и структурный состав обычно оказываются аномальными и возникает необходимость выяснить, при каких условиях это могло произойти.

При работе со сплавами сравнительно простого состава, производимыми в условиях, приближенных к равновесным, одними из самых полезных инструментов являются диаграммы состояния (например, изображённая на рис. 2.1 диаграмма Fe-Fe₃C).

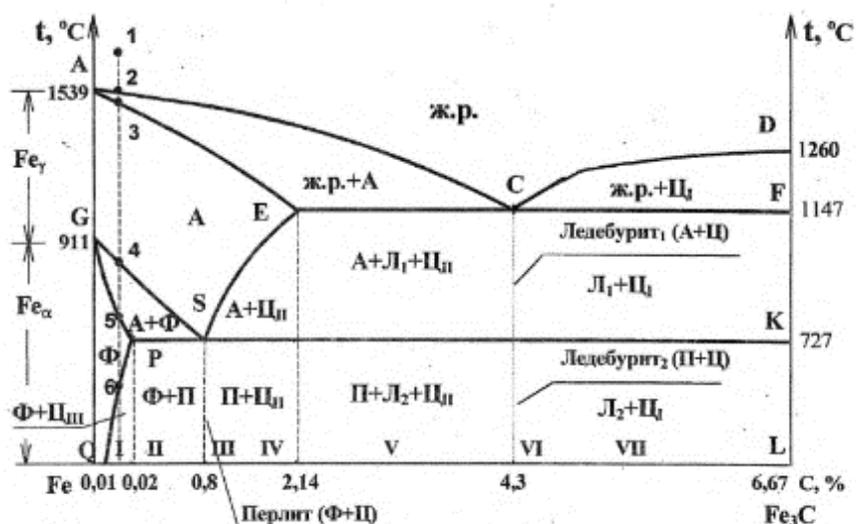


Рис.2.1. Диаграмма состояния системы Fe-Fe₃C [4].

Двойные и тройные диаграммы состояния позволяют понять, к какой области составов относится материал с наблюдаемой структурой и определить возможные условия формирования такой структуры.

Однако часто исследованию подвергаются сплавы сложного состава, плохо описываемые простыми диаграммами. В таких случаях применяются методы термодинамического моделирования для построения диаграмм состояния систем сложного состава или построения кривых затвердевания фаз в равновесных и метастабильных условиях.

Помимо равновесных структур в сталях образуются и метастабильные, такие как бейнит и мартенсит. Их формирование зависит от условий охлаждения и термической обработки, а значит не может быть спрогнозировано на основании диаграмм состояния. В таких случаях используют получаемые экспериментально диаграммы изотермического превращения (рис. 2.2), представляющие собой диаграммы температура-время, на которых приводятся области существования соответствующих метастабильных структур. Нанося на диаграммы линии, описывающие изменение температуры сплава от времени, удаётся определить, какие метастабильные структуры должны наблюдаться в таких условиях.



Рис.2.2. Диаграммы изотермического превращения аустенита в сталях [4].

3. Подготовка образцов

Подготовка образцов – это первый этап металлографического исследования. От его качества зависит точность последующей оценки. Процедура, как правило, включает в себя следующие этапы:

- выбор плоскости исследования;
- вырезание образца;
- запрессовка или заливка образца в смолу (если нужна);
- шлифование;
- полирование;
- выявление структуры (если нужно).

Макроскопическое исследование осуществляют на темплатах – крупных сечениях исследуемого изделия, включающих все интересующие структурные области (рис. 3.1, а).

Такие образцы вырезают непосредственно из изделия, проводят грубую шлифподготовку поверхности с помощью плоскошлифовального станка (рис. 3, б) после чего, как правило, выявляют структуру травлением.

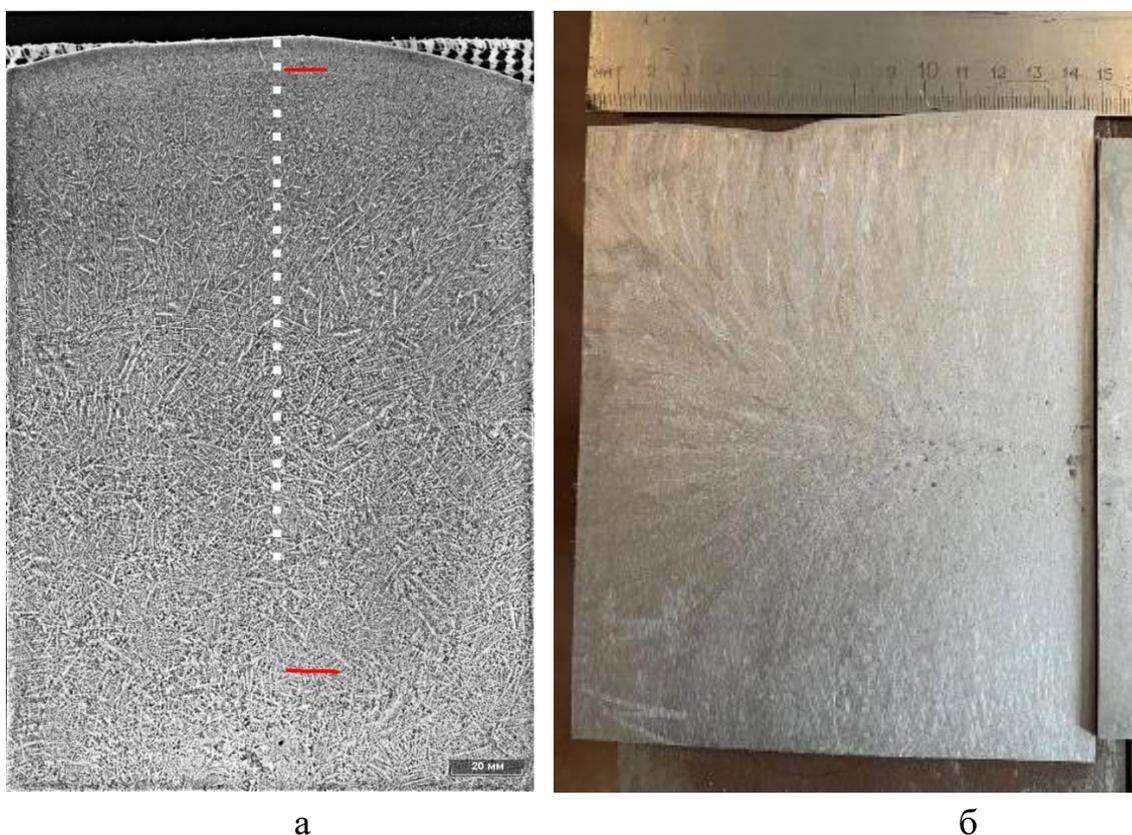


Рис.3.1. Темплаты для исследования макроструктуры на примерах литой заготовки (а) и поперечного сечения сляба НЛЗ (б).

Микроскопическое исследование выполняется на микрошлифах, вырезаемых как из самого изделия, так и из интересующей структурной области макротемплета.

Подготовку микрошлифов проводят с учётом следующих правил:

- в результате подготовки должны быть удалены все следы деформаций после вырезания, шлифования, полирования;
- на всех этапах работы необходимо избегать перегрева исследуемой поверхности образца;
- в случае исследования поверхностных дефектов необходимо избегать скругления кромок образца;
- пробоподготовку подбирают таким образом, чтобы избежать или минимизировать рельеф и загрязнение исследуемой поверхности;
- конечной целью пробоподготовки является получение образца с зеркальной поверхностью без царапин.

Рассмотрим подробнее каждый из этапов подготовки микрошлифов.

3.1. Выбор плоскости исследования

Как правило, в стандартах по оценке структуры металлов оговаривается выбор плоскости исследования. Однако в случае отсутствия прямых указаний, при выборе плоскости исследования следует учитывать следующие факторы:

- при оценке литого металла, как правило, особый интерес представляют области структуры, где наиболее вероятно наличие отклонений по исследуемому параметру (при этом следует учитывать закономерности наследования литой структуры конечным изделием);
- при оценке деформированного металла (например, прокатанного) по большинству параметров предпочтительна продольная плоскость, поскольку в этой плоскости размеры структурных элементов обычно максимальны;
- для наиболее общей оценки всего сечения прокатанного металла целесообразно отбирать образцы с характерным для большей части металла значением оцениваемого параметра (рис. 3.2).

Например, при оценке зёрновой структуры предпочтительно отбирать образцы в половине радиуса проката, поскольку приповерхностные слои и осевая зона обычно имеют нехарактерную для остальных зон структуру и должны оцениваться отдельно.

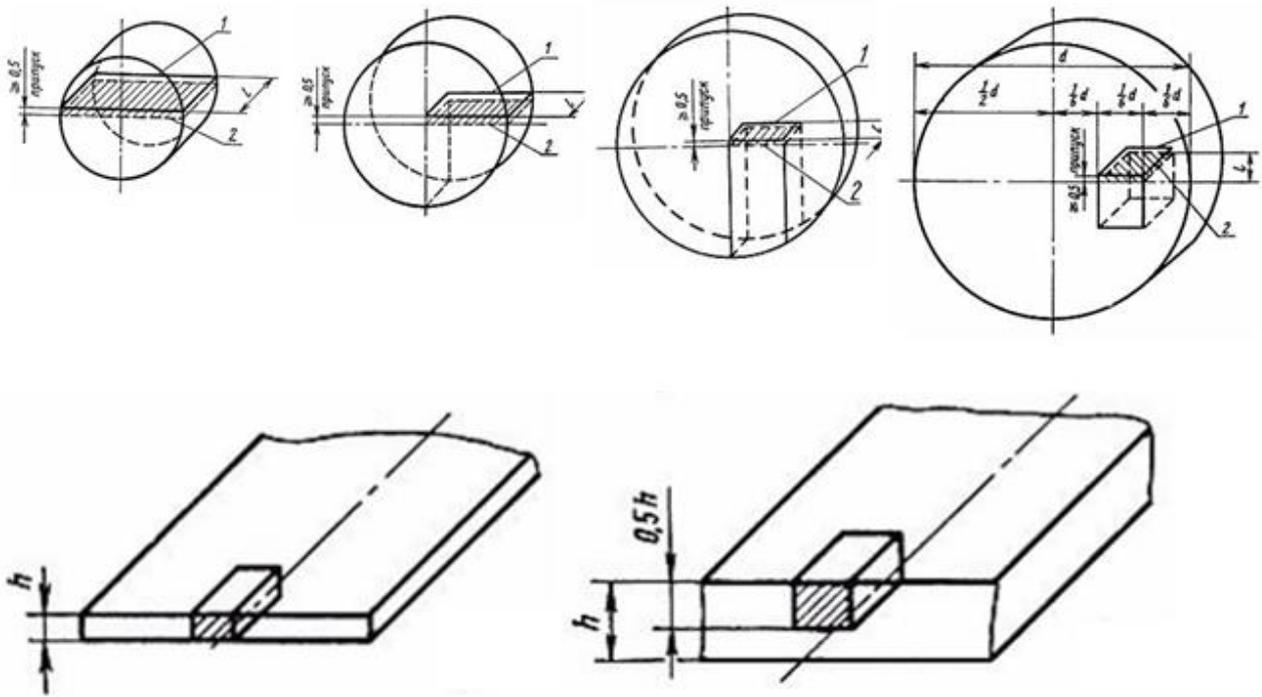


Рис.3.2. При оценке НВ в стальных профилях (а) и листах (б) по ГОСТ 1778-70 в область исследования всегда попадает половина радиуса, как имеющая наиболее характерный вид неметаллических включений.

3.2. Вырезка образцов

После выбора плоскости исследования осуществляется вырезание образца. Вырезание образцов проводится на абразивных станках с водяным охлаждением. Для большинства задач применяют абразивный отрезной станок (рис. 3.3, а), представляющий собой стационарную дисковую пилу с водяным охлаждением (с добавлением смазывающе-охлаждающей жидкости, СОЖ). В качестве расходного материала при работе на таких станках применяют абразивные диски на основе карбида кремния (SiC) или корунда (Al_2O_3), однако существуют и специальные, для работы с особо твёрдыми материалами, на основе кубического нитрида бора и искусственных алмазов (рис. 3.4). Последние представляют собой металлические диски со слоем наполнителя толщиной около 0,5 см, в котором содержится абразив. Толщина реза в этом случае обычно составляет около 2 мм.

В случаях, когда требуется точная локализация и/или высокое качество поверхности реза применяют прецизионные отрезные станки (рис. 3.3, б). Их принципиальное устройство сходно с обычными станками, но они обязательно оснащаются системой автоматической подачи, возможностью регулировки скорости вращения диска и микрометром для точного размещения образца.

На таких станках обычно используют алмазные диски малого диаметра, за счёт чего удаётся уменьшить их толщину и получатьрезы толщиной около 0,7 мм. Кроме того, за счёт используемых дисков и автоматизации всего процесса резки, поверхность реза получается очень гладкой, что позволяет пропускать этапы грубого шлифования (или даже весь этап) при шлифоподготовке. Такие станки незаменимы при изготовлении, например, образцов для газового анализа, размером всего несколько миллиметров, требования к качеству поверхности которых высоки.



а



б

Рис.3.3. Отрезные станки: абразивный (а), прецизионный (б).



а



б

Рис.3.4. Виды дисков для отрезных станков: на основе SiC или Al₂O₃ (а), на основе BN и искусственных алмазов (б).

Оптимальное качество поверхности и скорость резания достигаются за счёт изменения рабочих параметров станка:

- нагрузка: как правило, не следует оказывать на образец дополнительного давления, чтобы не деформировать металл;
- скорость вращения диска: для мягких металлов хватает малых оборотов, для твёрдых скорость можно увеличить;
- скорость подачи: на обычных станках подачу контролирует оператор, на прецизионных её подбирают так, чтобы не допустить накопления нагрузки на образец;
- площадь контакта: если образец закреплён так, что сечение реза велико, существует вероятность, что охлаждающая жидкость не сможет проникнуть глубоко в рез, что может привести к прижогу;
- подача СОЖ: может осуществляться как на диск, так и на образец (иногда оба варианта одновременно).

При вырезании образцов следует помнить следующие правила:

- плоскость реза должна располагаться как можно ближе к исследуемой плоскости;
- поверхность реза должна быть плоской;
- изменение структуры при вырезании должно быть минимальным;
- перегрев при вырезании недопустим;
- **агрессивные способы вырезания будут приводить к серьёзному повреждению микроструктуры, которое придётся удалять при шлифподготовке.**

Нарушение этих правил может сделать образец непригодным для исследования (рис. 3.5).

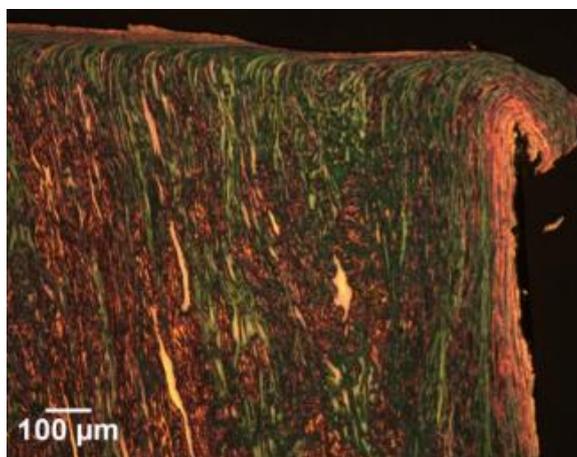


Рис.3.5. Деформация при распиле. Структура рядом с местом реза (сверху) искажена и непригодна к исследованию.

3.3. Заливка и запрессовка образцов

Как правило, перед началом шлифподготовки образцы заливают в смолу. Эта процедура обеспечивает следующие преимущества:

- плотный контакт смолы и металла защищает края образца от деформации и стачивания;
- не допускает разрушения хрупких образцов;
- исключая контакт с острыми краями металла, повышает срок службы полировальных поверхностей;
- унифицирует форму и размер образцов для автоматизации;
- упрощает идентификацию и хранение образцов.

В настоящее время используют методы холодной заливки и горячей запрессовки образцов.

При *холодной заливке* образцы помещают в специальную форму (рис. 3.6, а), рабочей поверхностью вниз, после чего форму заполняют предварительно смешанной жидкой смолой. Далее смесь затвердевает, и образец извлекается из формы. Иногда для улучшения контакта металла со смолой используют вакуумный насос (рис. 3.6, б), куда помещается образец. В этом случае смесь подаётся через специальное отверстие в крышке насоса.

Холодная заливка сравнительно проста и позволяет изготавливать образцы произвольной формы. При изготовлении таких образцов не требуется нагрев выше температур 45-70 °С, что бывает важно для легкоплавких сплавов. Однако такие шлифы хуже сохраняют кромку металла и малоэффективны для пористых материалов по причине большего термического расширения смолы и, как следствие, формирования крупных щелей между металлом и смолой. Кроме того они, как правило, требуют больше времени на застывание смолы (в среднем несколько часов), хотя на сегодняшний день встречаются и быстрозастывающие смолы, пригодные для шлифподготовки уже через 10 минут.



а



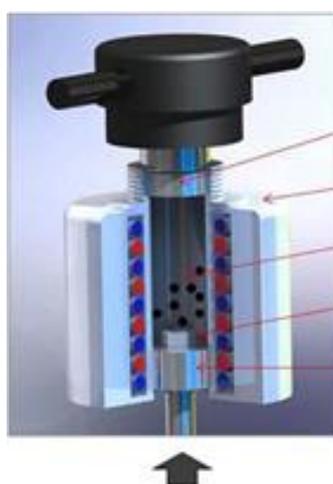
б

Рис.3.6. Инструменты для холодной заливки.

При использовании метода *запрессовки* образцы помещаются на поршень специального пресса (рис. 3.7), далее пространство над образцом заполняется сухой смолой (рис. 3.8). В процессе работы поршень уплотняет смолу, далее происходит её нагрев до температуры плавления, выдержка и охлаждение через водоохлаждаемые стенки рабочего пространства.



а



- Герметичная крышка
- Корпус с нагрев. эл-тами и водяным охлаждением
- Порошковая смола
- Образец
- Поршень

б

Рис.3.7. Пресс для горячей запрессовки металлографических шлифов (а) и его принципиальная схема (б).

Такой метод позволяет получать образцы более высокого качества, обеспечивает лучшую защиту кромок, справляется с пористыми материалами и в среднем позволяет получать образцы быстрее, чем при холодной заливке. Однако он требует специального оборудования и нагрева образцов до температур около 150-180°C (что неприемлемо для некоторых сплавов).



Рис.3.8. Фенольная смола для горячей запрессовки металлографических шлифов.

Важным преимуществом метода является возможность использовать широкий спектр специализированных смол (рис. 3.9). Рассмотрим их основные виды.

Фенольная смола является наиболее дешёвой и широко применяемой в лабораториях. В сравнении с прочими смолами она обладает большей термической усадкой, ввиду чего хуже удерживает кромку образца (но лучше, чем холодная заливка). Существенным её недостатком также является слабая химическая устойчивость – она может вступать в реакции с наиболее агрессивными горячими травителями.

Эпоксидная смола имеет минимальную усадку и отлично удерживает кромку образца, что позволяет исследовать структуру даже тонких поверхностных слоёв. Данная смола также обладает хорошей химической стойкостью. За счёт наполнителя, её твёрдость обычно сравнима с железом, ввиду чего исключается образование рельефа на границе металл-смола.

Зачастую при изготовлении образцов важно постоянно видеть, какая именно плоскость будет наблюдаться при исследовании. В таких случаях предпочтительно (а иногда обязательно) использование *прозрачной акриловой смолы*. Эти смолы по своим свойствам близки к фенольным, отличаются высокой усадкой, склонностью к дефектам, слабой стойкостью к реактивам и температуре, но за счёт того, что они обычно мелкодисперсные, лучше заполняют образцы сложной формы. Также они требуют более высокой температуры нагрева и долгого цикла затвердевания (до 20 мин).

Для возможности проведения электрохимического травления готового шлифа, а также для отведения поверхностного заряда при исследовании с

помощью сканирующего электронного микроскопа без выбивания образца из смолы используют токопроводящие смолы. В качестве наполнителя они содержат графитные или медные частицы, обеспечивающие токоподвод к обратной стороне металла образца. При их использовании важно помнить, что частицы наполнителя могут попадать на поверхность шлифа при полировке и проявляться при исследовании. Чтобы избежать этого, часто такие образцы делают двуслойными.

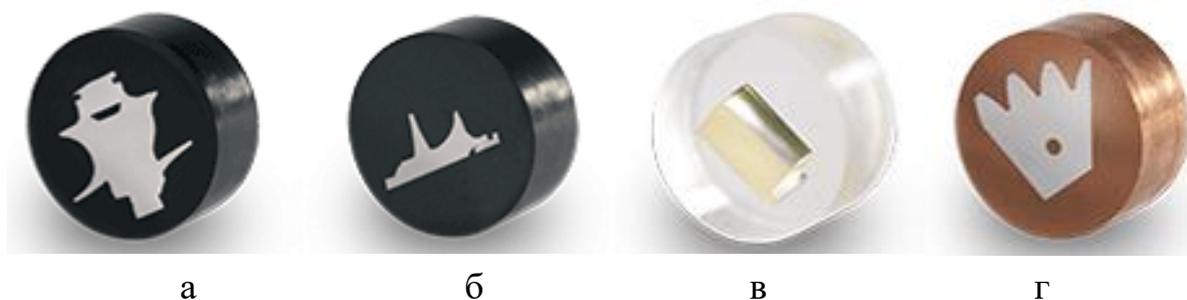


Рис.3.9. Готовые металлографические шлифы, запрессованные в фенольную (а), эпоксидную (б), акриловую (в) и токопроводящую (г) смолы.

3.4. Шлифование и полирование образцов

После заливки образцов в смолу они подвергаются шлифованию и полированию до получения пригодной для исследования поверхности.

Подготовка образцов делится на шлифование и полирование. Основные задачи шлифовки зависят от стадии.

Цели начального шлифования:

- устранить повреждения, возникшие в результате резки;
- задание плоской поверхности;
- достижение глубины желаемой плоскости исследования.

Цели последующих этапов шлифования и полирования:

- полное удаление следов предыдущих этапов;
- уменьшение размера царапин, оставляемых абразивом (достигается переходом к более мелким абразивам). При этом также снижается и съём металла (следует помнить, что глубина повреждения мягких металлов больше, чем у твёрдых).

Цели финального полирования:

- удаление последних следов повреждения и деформаций поверхности;
- получение зеркальной поверхности без царапин;
- сохранение краёв и плоскостности шлифа;
- получение настоящей структуры шлифа с высокой чёткостью и контрастом.

Все этапы шлифоподготовки выполняются на шлифовально-полировальном станке (рис. 3.10). На вращающуюся основу устанавливаются абразивные диски и, при необходимости, подаётся вода и/или суспензии. Образец может удерживаться на диске вручную или устанавливаться в специальную вращающуюся насадку (как правило, до 6 образцов).

Режим работы регулируется следующими параметрами:

- способ нагружения образцов: может быть индивидуальным, когда давление оказывается специальными поршнями на каждый образец в насадке по отдельности, и центральным, когда образцы жёстко закрепляются и давление оказывается на саму насадку;
- направление вращения диска и револьверной насадки: при сонаправленном вращении диска и насадки скорость движения образца по абразиву (и скорость шлифования) ниже, но металлическая пыль быстро удаляется с диска; при противоположном движении достигаются высокие скорости съёма металла;
- скорости вращения диска и револьверной насадки определяют съём металла и «агрессивность» воздействия абразива, основные параметры.

Правильным выбором абразивов и охлаждающих жидкостей достигается оптимальная скорость съёма металла. Она всегда является компромиссом между скоростью шлифоподготовки и повышением риска образования дефектов (выкрашивания, рельефа и пр.).



Рис.3.10. Шлифовально-полировальный станок.

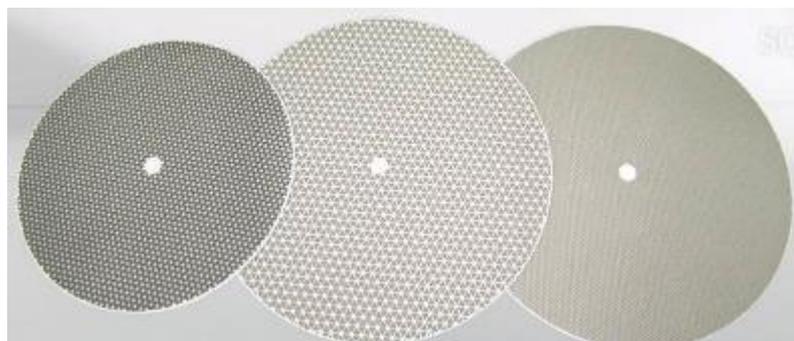
Первый этап – шлифование, осуществляется на грубых абразивах: бумагах и алмазных дисках (рис. 3.11). В качестве охлаждающей жидкости обычно используют воду.

Бумаги используются для более грубой обработки (размер абразивных частиц от 15 мкм и более) и являются одноразовыми, однако обеспечивают быстрый съём металла и достаточно дешёвы. В качестве абразива на них используют частицы карбида кремния (SiC).

Алмазные диски, представляющие собой металлический диск с секциями полимерного наполнителя с искусственными алмазами, позволяют проводить как грубую, так и среднюю шлифоводготовку (размер абразива от 125 до 3 мкм) и имеют продолжительный срок службы. Но из-за жёсткой основы они медленнее шлифуют неровные поверхности, а также склоны к выходу из строя в случае ошибок при применении. Их не рекомендуется использовать для мягких металлов, так как металл вдавливается в диск, а частая очистка сокращает срок его службы.



а



б

Рис.3.11. Абразивные для шлифования: бумаги (а) и алмазные диски (б).

После шлифования образец подвергается полированию. Полирование проводится на специальных тканях, на которые наносится абразив в виде суспензии или пасты (рис. 3.12).

Полировальные ткани различаются по виду рабочей поверхности (искусственный шёлк, синтетическое волокно и пр.; широко используются и нетканые абразивы, такие как перфорированная резина и полимерные поверхности). За счёт гибкости они хорошо выводят плоскость даже при малых съёмах металла. Являясь лишь основой для наносимого абразива, они имеют длительный срок службы, но в случае ошибок легко выходят из строя.

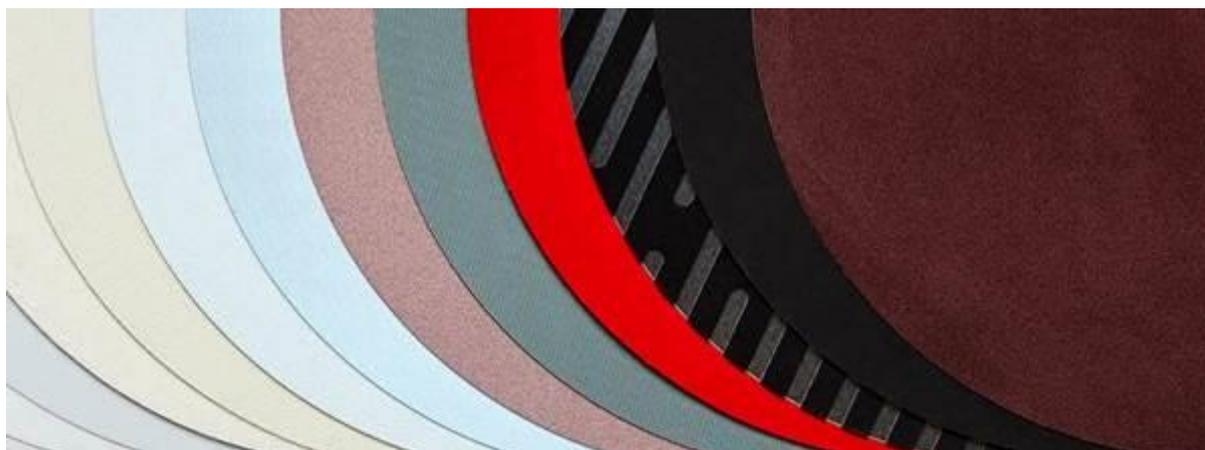


Рис.3.12. Ткани для полирования металлографических шлифов.

Алмазные суспензии и пасты выступают в качестве источника абразива и смазки при полировании. Сегодня они являются основным видом полировальных абразивов, ввиду эффективности и безвредности. Размер абразива варьируется от 15 до 1 мкм. Наполнитель обычно представляет собой моно или поликристаллические алмазы.

На финальном этапе полирования необходимо, чтобы размер следов обработки стал меньше, чем разрешаемый выбранным методом исследования. Для исследования с помощью оптического микроскопа это размер порядка длины волны видимого света, поэтому полирование завершают, когда размер царапин оказывается меньше 0,5-1 мкм. Для достижения этого используют суспензии для финальной обработки на основе коллоидного SiO_2 или Al_2O_3 . Размер абразива в них составляет 0,5-0,02 мкм, но ввиду не нейтрального pH помимо механического, происходит также и химическое воздействие на поверхность.

3.5. Дефекты шлифподготовки

В случае неправильно подобранной методики подготовки образцов повышается риск появления дефектов шлифподготовки, которые в дальнейшем могут привести к невозможности проведения дальнейших металлографических исследований. Рассмотрим основные виды таких дефектов.

Наиболее частой проблемой шлифподготовки оказываются многочисленные грубые царапины (рис. 3.13). Причиной дефекта является недостаточная обработка на одном из предварительных этапов шлифподготовки, во время которого не были удалены следы предыдущего этапа. В данном случае для исправления сложившейся ситуации необходима дополнительная переподготовка поверхности образца, начиная с проблемного этапа шлифподготовки.

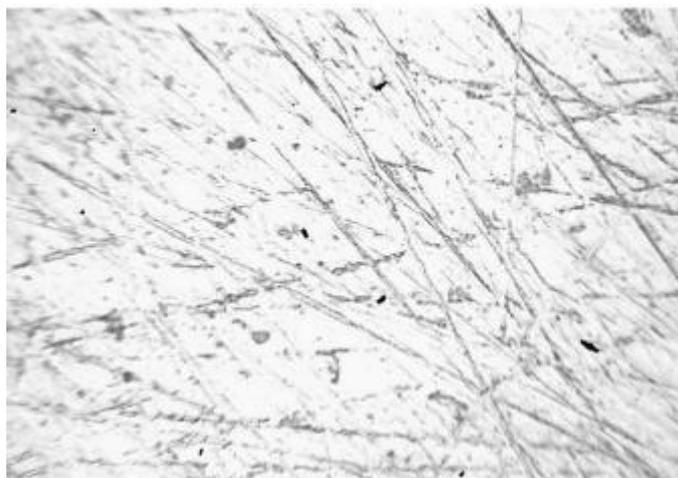


Рис.3.13. Царапины на поверхности шлифа.

В случае избыточной длительности финального полирования происходит выкрашивание включений с поверхности ввиду химического воздействия суспензии с последующим располировыванием образовавшихся полостей (рис. 3.14). Такие образцы необходимо переподготавливать начиная с тонкого шлифования.

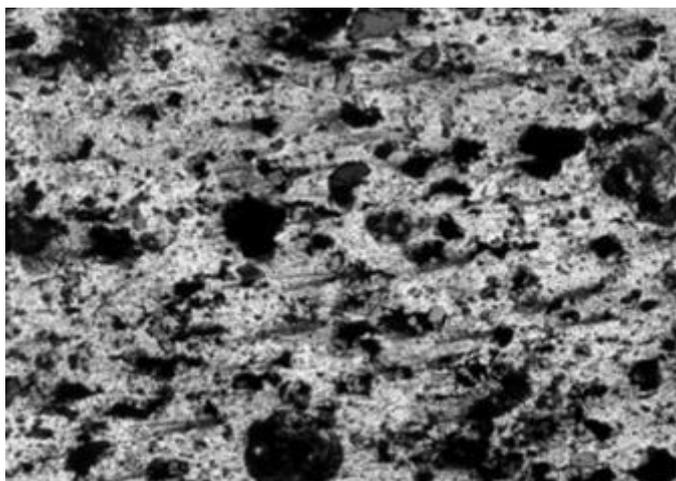


Рис.3.14. Повреждённые при шлифоподготовке включения.

Если на финальном этапе образец долгое время удерживался в одном положении, возможно возникновение сонаправленных следов вокруг твёрдых элементов структуры и включений, т. н. «кометы» (рис. 3.15). Этот дефект не появляется при использовании автоматической насадки. Для удаления дефекта, как правило, достаточно вернуться на один этап назад и следить, чтобы образец не полировался в одном направлении длительное время.

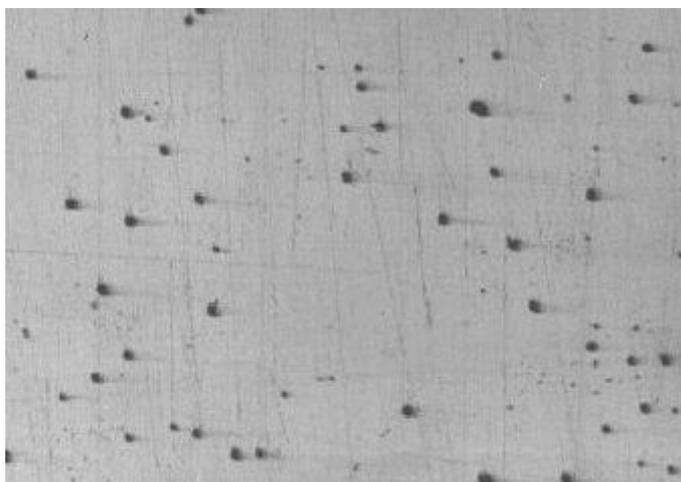


Рис.3.15. Дефект «кометы».

При избыточном давлении на образец на этапах шлифования возможно вдавливание абразива в поверхность металла (рис. 3.16). Ввиду высокой твёрдости и крупного размера дальнейшее удаление этих частиц проблематично. Данный дефект обычно встречается при подготовке образцов из мягких металлов и сплавов. В случае его появления следует снизить давление на образец при шлифовании. Если дефект уже возник, возможно удаление частиц за счёт

длительного полирования с использованием грубых алмазных суспензий или паст.



Рис.3.16. Вдавленный в поверхность шлифа абразив.

4. Механические испытания сталей и сплавов

Отклонение механических свойств материала является одной из частых причин брака при производстве металлургической продукции. По этой причине, как правило, их контролируют наравне с химическим составом и качеством структуры.

Все виды механических испытаний можно разделить на 4 большие группы: *статические*, *динамические*, *циклические* и *технические* (проверяют способность работать в специфических для данного изделия условиях). Рассмотрим примеры наиболее часто применяемых видов испытаний первых трёх групп [5].

Испытание на твёрдость

Задачей статических испытаний является проверить способность материала выдерживать постоянные нагрузки. Самым часто применяемым испытанием такого типа является испытание на твёрдость. Для этого служат твердомеры (рис. 4.1), которые измеряют твёрдость материала путём вдавливания индентора в поверхность образца.



Рис.4.1. Стационарный твердомер по методу Роквелла.

В зависимости от вида индентора и способа измерения различают следующие виды измерения твёрдости:

- *по Бринеллю* (регулируется ГОСТ 9012-59): твёрдость определяется диаметром отпечатка, оставленного металлическим шариком, вдавленным в поверхность. Обозначается как HB;
- *по Роквеллу* (регулируется ГОСТ 9013-59): твёрдость определяют по относительной глубине вдавливания металлического шарика или алмазного конуса в поверхность образца. Обозначается как HR, а 3-я буква обозначает тип шкалы, например HRA, HRB, HRC;
- *по Виккерсу* (регулируется ГОСТ 2999-75): твёрдость определяется площадью отпечатка четырёхгранной алмазной пирамиды, вдавленной в поверхность. Обозначается как HV.

Нагрузка на индентор зависит от вида испытания:

- микротвёрдость (оценка структурных составляющих) – от 1г - 1кг;
- твёрдость (оценка материала изделия в целом) – от 1кг.

При испытании важно соблюдать следующие правила:

- образец должен быть плоскопараллельным;
- расстояние между отпечатками и от края образца должно быть не менее 2 диаметров отпечатка;
- необходимо выдержать время нагружения – обычно 10-15 сек.;
- при оценке микротвёрдости по возможности следует избегать межфазных границ – возможны искажения формы отпечатка.

Испытание на растяжение

Другим часто применяемым видом статических испытаний является испытание на растяжение, заключающееся в растяжении образца с построением зависимости удлинения (Δl) от приложенной нагрузки (P), на основании чего строится диаграмма условных напряжений (Рис. 4.2), по которой определяется целый ряд механических свойств.

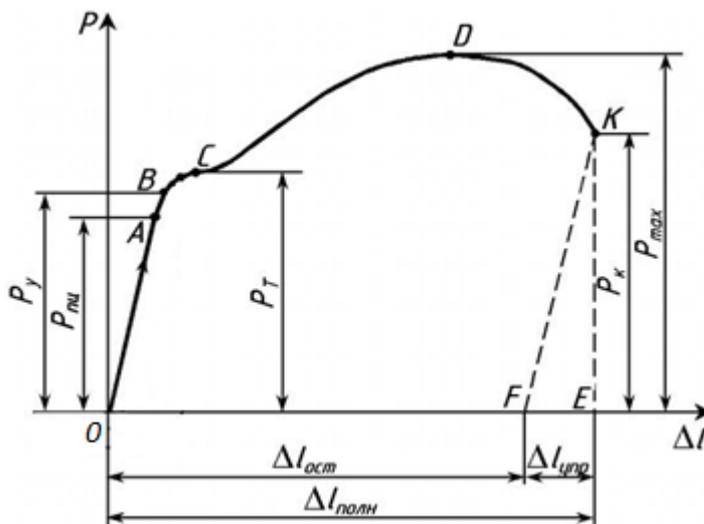


Рис.4.2. Диаграмма условных напряжений.

Рассмотрим более подробно диаграмму условных напряжений. 0B-стадия упругой деформации. Если к образцу приложить нагрузку, не превышающую P_y , то при разгрузке деформации будут уменьшаться по тому же закону, по которому увеличивались при нагружении. При нагрузке, соответствующей P_t (точка C), диаграмма переходит на горизонтальный участок, площадку текучести, связанную со свойством материала деформироваться при постоянной нагрузке. После достижения предела текучести материал снова приобретает способность сопротивляться растяжению. В точке D нагрузка достигает максимального значения P_{max} , и на образце появляется локальное сужение – шейка. Из-за уменьшения площади поперечного сечения в момент, соответствующий точке K диаграммы, образец разрушается.

Испытания на разрыв проводят по ГОСТ 1497-84 на специальных машинах (рис. 4.3). Определяются следующие прочностные характеристики:

- предел пропорциональности $\sigma_{пл}$ – это наибольшее напряжение, после которого нарушается закон Гука;
- предел упругости σ_y – условное напряжение, соответствующее появлению остаточных деформаций определенной заданной величины (0,05; 0,001;

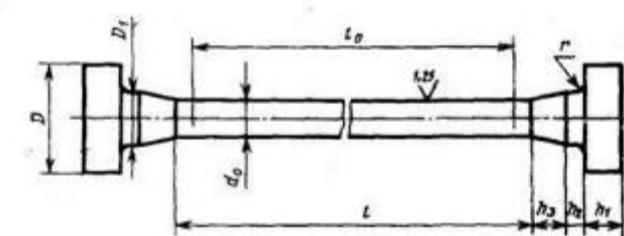
0,003; 0,005%); Допуск на остаточную деформацию указывается в индексе при σ_y ;

- предел текучести σ_T – напряжение, при котором деформация увеличивается без заметного увеличения растягивающей нагрузки;
- условный предел текучести – условное напряжение, при котором остаточная деформация достигает определенного значения (обычно 0,2% от рабочей длины образца, обозначается как $\sigma_{0,2}$). Определяется для материалов, без горизонтального участка на диаграмме;
- предел прочности при растяжении σ_B – напряжение, соответствующее наибольшей нагрузке R_{max} , предшествующей разрыву образца.

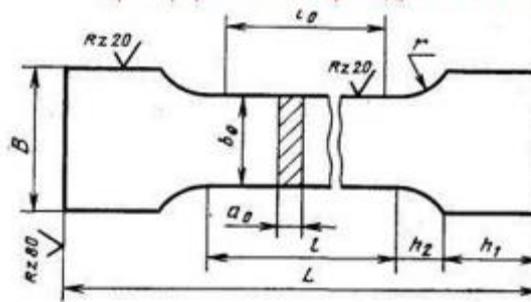
Помимо прочностных характеристик материала определяются также характеристики пластичности, например, относительное удлинение δ и относительное сужение ψ .



а



Пропорциональный цилиндрический образец



Плоский образец с головкой

б

Рис.4.3. Машина для испытаний на растяжение (а) и примеры образцов для этого испытания (б).

Испытание на ударную вязкость

Одним из самых востребованных динамических испытаний является испытание на ударную вязкость. Ударная вязкость характеризует надёжность материала, его способность противостоять хрупкому разрушению.

Испытание проводится на образце с надрезом определенной формы и размера. Образец устанавливают на опорах маятничкового копра (рис. 4.4) с выемкой в направлении, противоположном удару бойка. Маятник поднимают на определенную высоту, после чего замеряют высоту подъема маятника после разрушения образца.

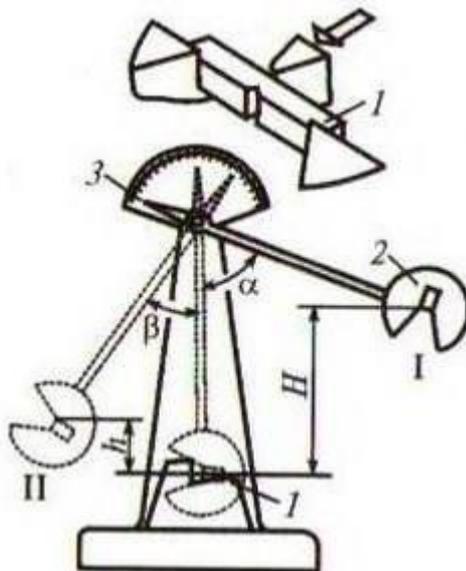


Рис.4.4. Принцип испытания на ударную вязкость с использованием маятничкового копра.

Разрушение образца требует механической работы. Характеристикой вязкости является *удельная работа разрушения* α_n .

$$\alpha_n = P (H - h) / F_0 \quad (1)$$

P – вес маятника

H – высота маятника до удара

h – высота маятника после удара

F_0 – площадь сечения образца

Ударную вязкость обозначают как KCV, KCU, KCT – третий символ указывает на тип надреза (рис. 4.5):

- образцы Шарпи сечением 10x10 мм, длиной 55 мм и с U-образным надрезом, шириной и глубиной 2 мм и радиусом 1 мм;
- образцы Менаже того же сечения и длины, с V-образным надрезом той же геометрии, что и образец первого типа;
- Т-образные образцы длиной 55 мм, высотой 11 мм и шириной 10 мм с Т-образным концентратором (надрез, имитирующий усталостную трещину).

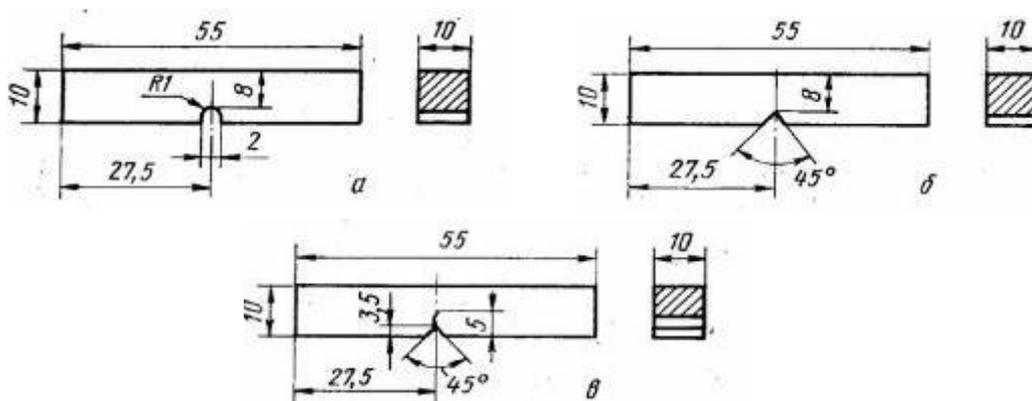


Рис.4.5. Типы надрезов на образце для испытаний на ударный изгиб: Шарпи (а), Менаже (б), Т-образный (в).

Для оценки склонности металла к хладноломкости и определения критических порогов хладноломкости проводятся серийные испытания. Серию образцов испытывают при различных температурах. Строят кривую зависимости вязкости от температуры, определяющую порог хладноломкости (рис. 4.6).

Хладноломкость — это склонность металла переходить в хрупкое состояние при понижении температуры.

Порог хладноломкости — это температурный диапазон изменения характера разрушения. Это важный параметр прочности материала. Чем ниже порог хладноломкости, тем менее чувствителен металл к концентраторам напряжений (резкие переходы, поры, дефекты) и скорости деформации. Для охлаждения металла используются камеры с жидким азотом или охлаждённым спиртом. Самое простое устройство для охлаждения стали — это бак, наполненный керосином и сухим льдом. Некоторое снижение температуры достигается за счёт изменения количества сухого льда в смеси.

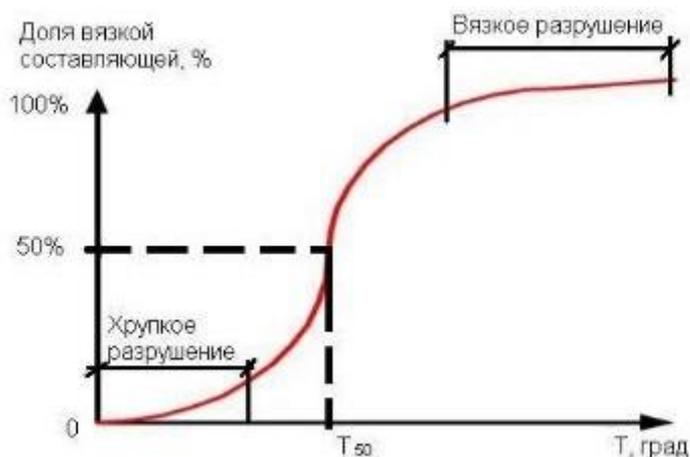


Рис.4.6. Пример результатов испытаний металла на хладноломкость.

Испытание на изгиб при вращении

Примером циклических испытаний можно считать испытание на усталость (ГОСТ 25.502-79).

Разрушение металла под действием повторяющихся или знакопеременных напряжений называется усталостью металла. Когда металл разрушается из-за усталости на воздухе, трещина состоит из двух зон: первая зона имеет сравнительно гладкую, «бархатистую» поверхность (зона усталости), вторая - зона разрушения, она имеет крупнокристаллическую структуру в хрупких металлах и волокнистую в вязких.

Во время испытания на усталость определяется предел усталости (выносливости), то есть максимальное напряжение, которое металл может выдержать без разрушения после заданного количества циклов. Наиболее распространённым методом испытаний на усталость является испытание на изгиб при вращении.

Метод определения поведения материалов под действием знакопеременных нагрузок: к образцу прикладываются определенная средняя нагрузка (которая может быть равна 0) и альтернативная нагрузка, фиксируется количество циклов, необходимых для начала разрушения. Обычно испытание повторяют с идентичными образцами и разными переменными нагрузками. Нагрузки могут прилагаться вдоль оси или поперёк вращения / изгиба. В зависимости от амплитуды средней или циклической нагрузки направление результирующей деформации может меняться. Данные испытаний на усталость часто представляют на диаграмме усталости – графике, показывающем количество циклов, необходимых для начала разрушения образца, в зависимости от амплитуды достигнутой циклической деформации. Эта «циклическая деформация» может представлять собой амплитуду деформации, максимальную или минимальную деформацию. Каждая кривая на диаграмме представляет собой постоянную среднюю деформацию. Большинство испытаний на усталость проводят на гибочных, вибрационных станках или станках с вращающейся балкой (рис. 4.7).



Рис.4.7. Станок для испытаний на изгиб при вращении.

5. Химический анализ металлов и сплавов

Прежде чем приступать к исследованию структуры металла важно установить соответствие его состава заявленному. Для решения этой задачи используют различные методы химического анализа.

Пробирный метод: пробирная плавка основана на физико-химических закономерностях восстановления металлов, шлакообразования и смачивания расплавленными веществами. Данный метод применяется в тех случаях, когда необходимо найти содержание элементов, определение которых спектральными методами невозможно, например, лёгкие элементы или углерод в чугунах.

В большинстве случаев для химического анализа металлических изделий используют *спектральные методы* анализа.

Спектральный анализ состава вещества основан на двух фундаментальных принципах: спектр, излучаемый ранее возбуждёнными атомами и ионами данного химического элемента, строго индивидуален (то есть характерен только для данного химического элемента), интенсивность линий этого спектра зависит от концентрации этого элемента, определение которой и является целью анализа.

Для проведения *качественного* анализа широко применяется метод *стилоскопирования* (рис. 5.1, а), основанный на визуальном определении того или иного элемента по интенсивности свечения его линий в спектре. Анализ с помощью стилоскопа заключается в следующем. Между анализируемым образцом и электродом зажигается электрическая дуга или искра, и её излучение направляется однолинзовым осветителем в щель стилоскопа. Наблюдатель рассматривает в окуляр спектр анализируемого сплава (рис. 5.1, б).

Стилоскопирование (также, как и рентгено-флуоресцентный анализ) не даёт информации о содержании углерода, серы и фосфора в сталях. Это

ограничение не позволяет проводить полную сортировку и исследование углеродистых и карбидосодержащих сталей.

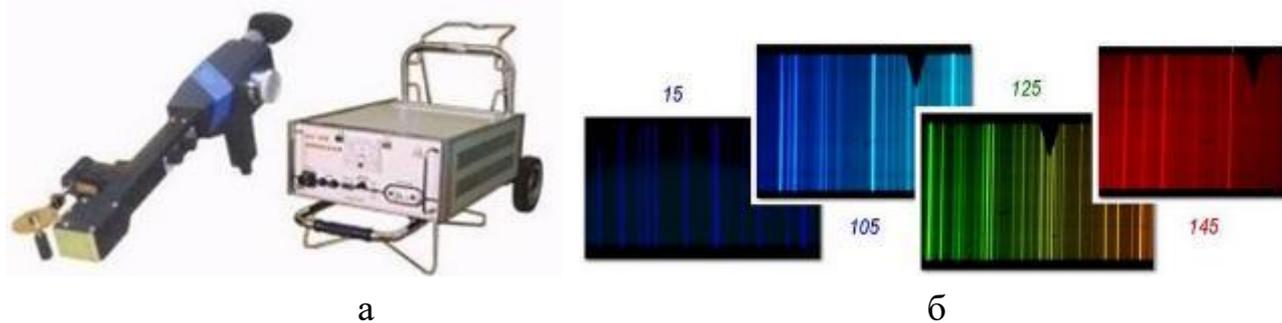


Рис.5.1. Стилоскоп (а) и примеры спектров, получаемых с его помощью (б)

В настоящее время широко используются различные спектрометры: рентгено-флуоресцентный, оптико-эмиссионный, лазерный, инфракрасный, с индуктивно связанной плазмой, атомно-абсорбционный, масс- и т.д. Эти устройства используют тот же (спектральный) принцип работы, что и стилоскоп, но благодаря современной цифровой автоматической обработке спектра и использованию инертного газа (аргона) они позволяют проводить точный *количественный* анализ любого типа стали с высокой точностью. Рассмотрим те из них, что получили наиболее широкое распространение в металлургической экспертизе.

Использование *оптико-эмиссионного* спектрометра (рис. 5.2) даёт возможность одновременно определять в пробе несколько элементов. Пробу вводят в источник возбуждения, где она подвергается нагреву и испарению. Попавшие в высокотемпературную область микрочастицы распадаются на атомы, а те при столкновениях с другими частицами переходят в возбуждённое и ионизированное состояния. Самопроизвольно возвращаясь в нормальное или промежуточное состояние, они испускают избыточную энергию в виде фотонов, которые и образуют эмиссионный спектр. Измеряя интенсивность линий спектра атомов (или ионов) того или иного химического элемента, определяют его концентрацию.



Рис.5.2. Оптико-эмиссионный спектрометр.

Чаще всего для возбуждения эмиссионного спектра используется искра в атмосфере аргона (рис. 5.3), имеющая ряд преимуществ по сравнению с дугой, используемой в стилоскопе. Например, исключается изменение условий образования спектра из-за окисления образца. Кроме того, создание тысяч искр с определением отдельных спектров позволяет статистически обрабатывать данные и повышать точность анализа.

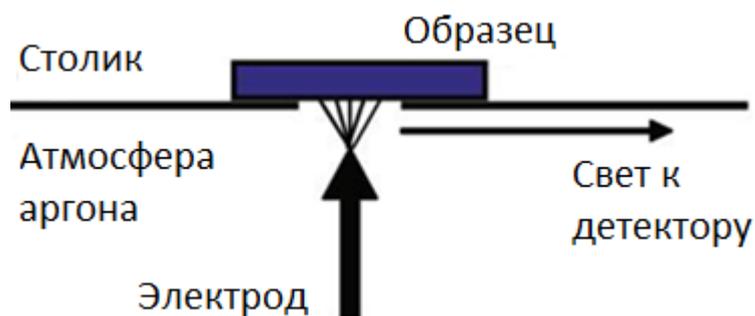


Рис.5.3. Принцип искрового метода возбуждения спектра.

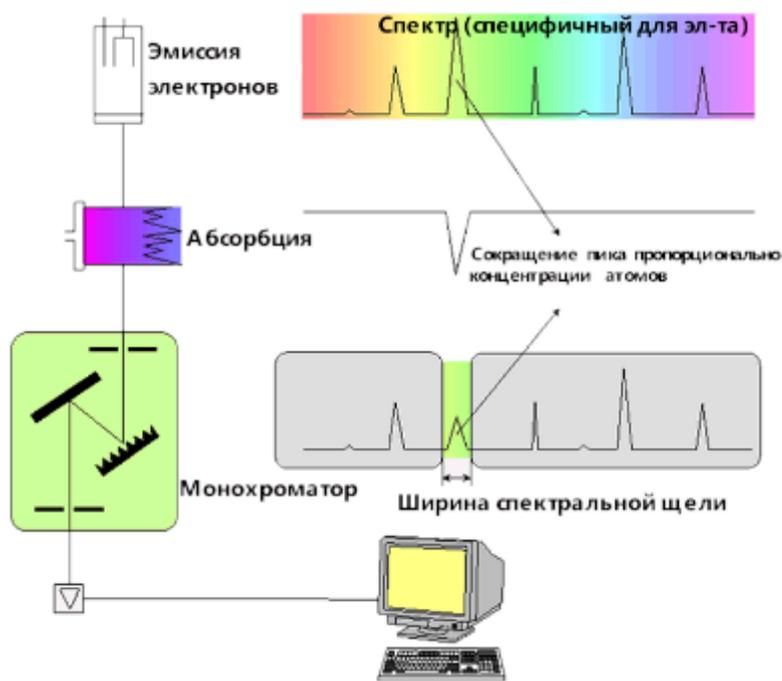
Данный вид анализа на сегодняшний день является самым распространённым. Однако эмиссионные спектрометры уступают атомно-абсорбционным по воспроизводимости и по селективности.

Атомно-абсорбционный спектрометр (рис. 5.4, а) позволяет исследовать до 70 элементов в образце с чувствительностью в диапазоне 10^{-4} – 10^{-9} % по массе. Отличительной особенностью атомно-абсорбционного метода является высокая абсолютная и относительная чувствительность. Принцип работы атомно-абсорбционного спектрометра (рис. 5.4, б) основан на измерении величины поглощения светового пучка определённой (резонансной) длины волны,

проходящего через атомный пар исследуемого образца. Для превращения исследуемого вещества в атомный пар используется атомизатор. Для стали используют пламенный атомизатор. После прохождения через атомные пары исследуемой пробы луч света поступает на монохроматор, а затем на приёмник, который и регистрирует интенсивность излучения.



а



б

Рис.5.4. Атомно-абсорбционный спектрометр (а) и его принцип действия (б).

6. Газовый анализ металлов и сплавов

Определение содержания азота, кислорода и, в некоторых случаях, водорода крайне важно для оценки качества сталей, однако ввиду лёгкости

элементов и их малого содержания, определение их спектральными методами невозможно. Содержание кислорода и азота в сталях определяют методом восстановительной плавки в графитовом тигле в потоке газа-носителя (гелия) с использованием печи сопротивления в специальном газовом анализаторе (рис. 6.1).



Рис.6.1. Газовый анализатор.

В качестве образцов для анализа используют компактные образцы весом 20мг-2гр (кислород, азот) или стружку (только азот). Образец металла помещается в графитовый тигель в печи, где он нагревается по заданному режиму в потоке газа-носителя (гелия). При контакте с графитовым тиглем образец плавится с образованием насыщенного графитом расплава. Углерод в жидкой ванне реагирует с кислородом образца с образованием CO. Азот покидает пробу в виде N₂. Газообразные продукты реакции вымываются из печи потоком гелия. Кислород определяется в виде CO или CO₂ методом молекулярной абсорбционной спектроскопии в инфракрасной области после чего отделяется от газа-носителя с помощью аскарита – асбеста, пропитанного расплавом NaOH. Далее определяется азот с помощью детектора по теплопроводности (рис. 6.2).

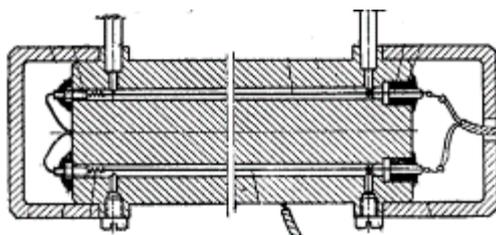


Рис.6.2. Ячейка для определения азота при газовом анализе.

Через одну из камер в течение всего процесса течёт чистый газ-носитель, и эта камера выполняет роль камеры сравнения. Вторая камера подключается к печи и является рабочей. В обеих камерах располагаются одинаковые проводники.

На оба проводника подаётся одинаковое по величине постоянное напряжение, из-за чего они нагреваются. При изменении состава газового потока в рабочей камере вследствие изменения теплоёмкости и теплопроводности меняются тепловые потери и, как следствие, температура проводника, что приводит к изменению его сопротивления. Изменение сопротивления при сохранении напряжения, приводит к изменению силы тока.

Таким образом, построив калибровочную кривую сила тока-содержание азота, можно определить содержание последнего.

Усовершенствованный метод газового анализа, фракционный газовый анализ — это модификация метода восстановительной плавки в графитовом тигле в потоке газа-носителя при заданной линейной скорости нагрева образца. Метод анализа основан на различии температур термодинамической прочности оксидов, в которых находится основная часть связанного в металле кислорода (рис. 6.3). Таким образом, задавая режимы монотонного нагрева образца в графитовом тигле анализатора от 1350К до 2200К со скоростью 2–4К/сек., получают эвалограмму выделения газообразного кислорода. Эвалограмма — это спектр пиков, каждый из которых соответствует тому или иному типу оксидных включений. Пики имеют свои собственные характерные температуры начала и максимального восстановления, что позволяет идентифицировать соединения.

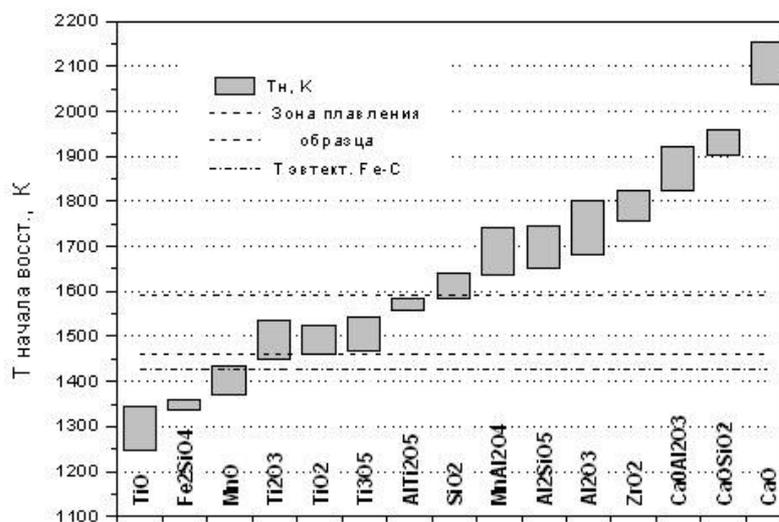


Рис.6.3. Температуры разложения оксидов в стали.

7. Рентгеноструктурный анализ

Рентгеноструктурный анализ — это группа методов исследования структуры, основанных на оценке распределения в пространстве и интенсивности рентгеновского излучения, рассеянного анализируемым объектом.

Он основан на дифракции рентгеновских лучей – рассеянии рентгеновских лучей кристаллами, при котором от первоначального луча возникают вторичные отражённые лучи той же длины волны. Дифракционная картина зависит от длины волн используемого рентгеновского излучения, а также структуры образца. Такой метод анализа позволяет количественно определять содержание фаз и некоторых структурных составляющих.

Рентгеновский дифрактометр (рис. 7.1) состоит из источника рентгеновского излучения (рентгеновской трубки), подключённого к генератору высокого напряжения; гониометра, в который помещается образец; детектора излучения и регистрирующего устройства. Детектор излучения представляет собой счётчик фотонов (ионизационная камера, пропорциональный, сцинтилляционный и полупроводниковый счётчики). Каждый дифракционный луч последовательно выводится на счётчик, что достигается перемещением счётчика во время измерения.

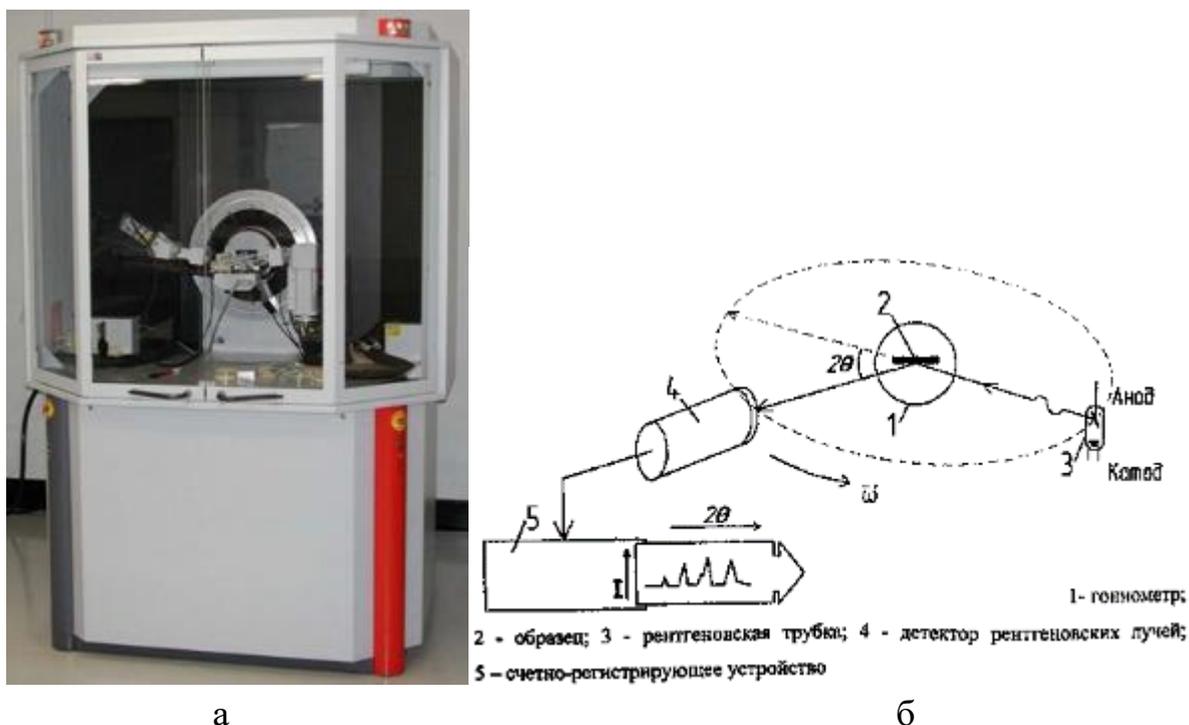


Рис.7.1. Рентгеновский дифрактометр (а) и его принципиальная схема (б).

8. Травление металлографических образцов с целью выявления структуры

После шлифподготовки и проведения исследований на полированном шлифе, образец травят для выявления микроструктуры.

Травление используют (рис. 8.1) для выявления дендритных структур, сегрегаций, деформаций, границ зёрен, фаз, компонентов, однородности, слоёв и покрытий, границ раздела фаз, зон термического влияния, зон реакции и т. д. [6].

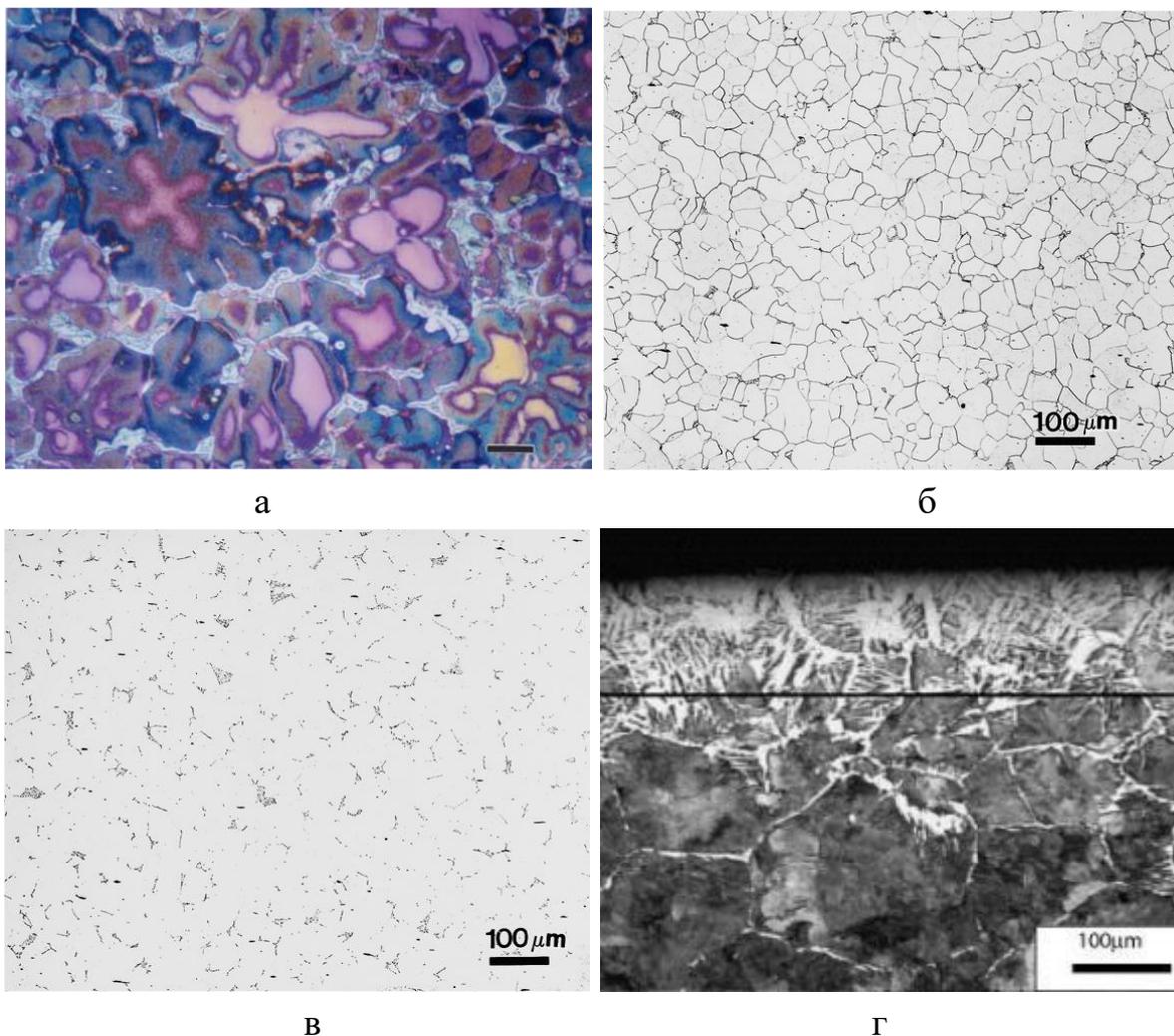


Рис.8.1. Выявление структур с помощью травления:

- а) дендритная;
- б) зёрненная;
- в) структурные составляющие (пример перлита в феррито-перлитной стали);
- г) зона термического влияния.

Травление можно разделить по методу на *электрохимическое* и *химическое*.

- Основной особенностью *электрохимического* травления является возможность напрямую контролировать скорость реакции. Однако оно требует специального оборудования, такого как ячейка электрохимического травления (рис. 8.2) или потенциостат.



Рис.8.2. Ячейка для электрохимического травления.

- *Химическое* травление проще и не требует специального оборудования, но скорость травления устанавливается косвенно, с использованием температуры, концентрации, скорости перемешивания и т. д. Используют два метода химического травления: протиранием и окунанием (рис. 8.3). По первому методу реагент наносят на ватный тампон, которым протирают поверхность шлифа, по второму – образец помещается в ёмкость с реагентом. Рассмотрим основные особенности этих методов.

Травление *протиранием* обеспечивает высокую скорость подвода реактива к поверхности шлифа, что позволяет получать более равномерное травление, но приводит к повреждению образующейся в результате некоторых видов травления плёнок.

Травление *окунанием* напротив обеспечивает низкую скорость подвода реактива, ввиду чего травление получается менее равномерным и склонно к дефектам в случае неравномерного качества поверхности шлифа. Однако такой метод предпочтителен при плёночном травлении.

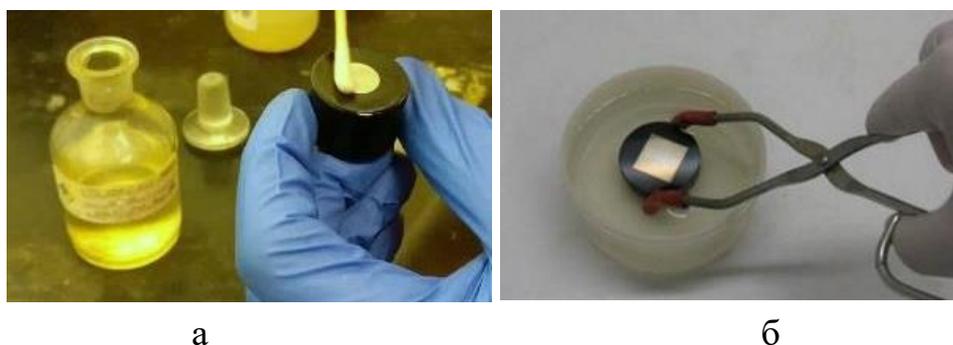


Рис.8.3. Химическое травление протиранием (а) и окунанием (б).

8.1. Механизмы травления

В металлографии используют два основных механизма травления: *активный и пассивный*. Рассмотрим их основные особенности.

Активное травление (рис. 8.4, а):

- Травитель напрямую реагирует с металлом;
- По этому механизму хорошо выявляются границы зёрен, фазы, сегрегации и т.д.
- В случае исследования на оптическом микроскопе образцы после такого травления используют с методом светлого поля.

Пассивное плёночное травление (рис. 8.4, б):

- Травитель реагирует с металлом через пассивную плёнку на поверхности;
- По этому механизму хорошо выявляются кристаллографические ориентации, структурные составляющие и т.д.
- В случае исследования на оптическом микроскопе образцы после такого травления используют с методом поляризованного света с λ -пластиной.

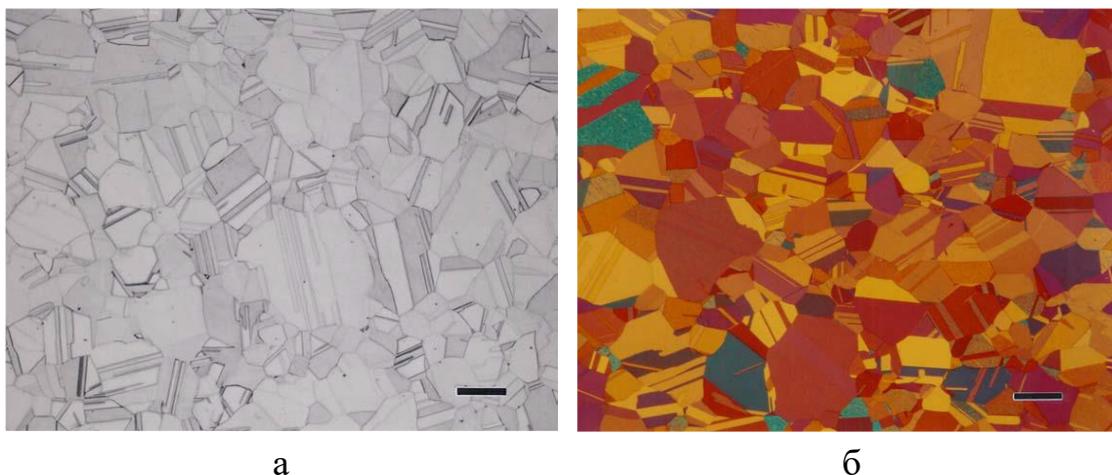


Рис.8.4. Структура аустенитной стали после активного (а) пассивного (б) травления.

Для понимания причин такой картины травления следует рассмотреть изменение поверхности образца при травлении. На рисунке 8.5 показан вид сбоку на границу между двумя зёрнами при активном и пассивном травлении.

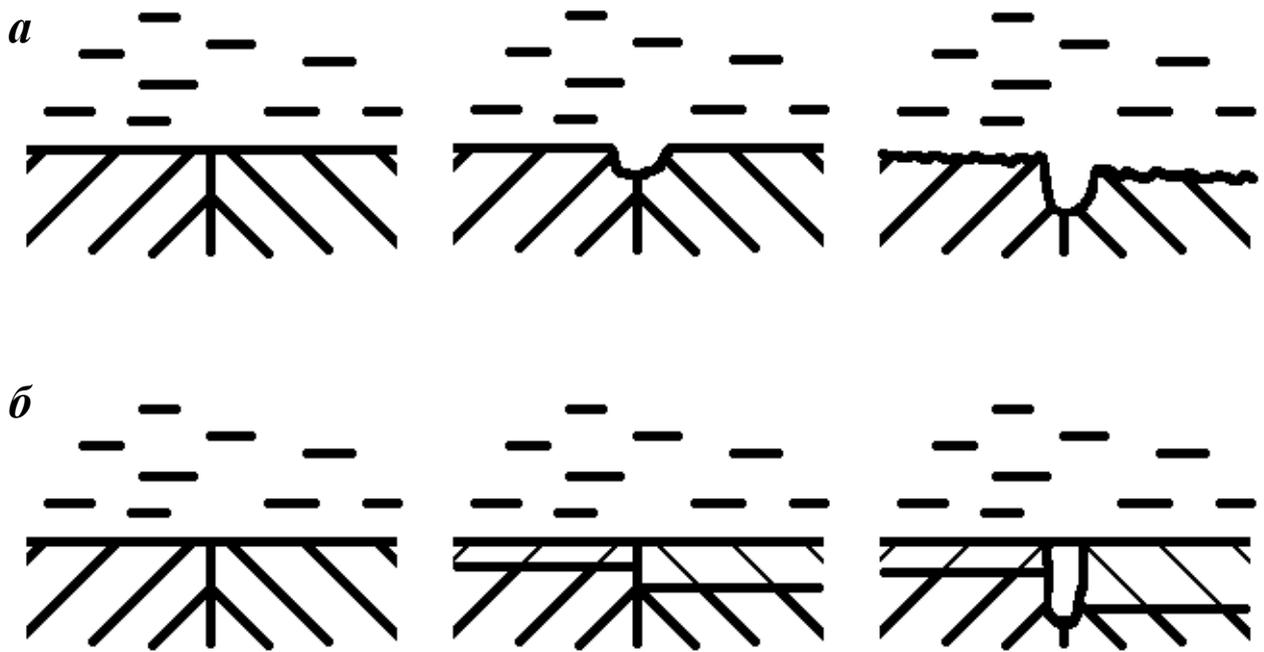


Рис.8.5. Механизмы травления:

а – активное;

б - пассивное (плёночное травление).

При активном травлении (рис. 8.5, а) скорость реакции на границах зёрен выше, чем в теле зерна, поэтому последние травятся сильнее. Это происходит, поскольку на границах скапливаются элементы-примеси, кроме того, само травление формирует полости на границах, реализуя «щелевой» эффект, ещё больше ускоряющий реакцию. При длительном процессе границы разъедаются глубже, а тела зёрен – в разной степени в зависимости от кристаллографической ориентации. В этом случае в микроскоп видны толстые, тёмные границы, а сами зёрна имеют разную яркость, зависящую от степени шероховатости поверхности.

При пассивном травлении (рис. 8.5, б) на поверхности образца образуется плотная плёнка, препятствующая дальнейшему взаимодействию реагента и образца. Таким образом, процесс ограничивается диффузией реагента через плёнку. При этом плёнка медленно растворяется, поэтому со временем устанавливается баланс между её растворением и образованием. В то же время плёнка на поверхности формируется в соответствии с кристаллографической ориентацией зерна под ней, что приводит к разной скорости роста плёнки на разных зёрнах. Таким образом, в конце травления на поверхности разных зёрен формируются плёнки разной толщины, что позволяет различать зёрна при использовании поляризованного света в оптическом микроскопе. При

длительном травлении толстая плёнка может оказаться непрозрачной для света, что не позволит исследовать образец. Границы, как и при активном травлении, можно протравить, но обычно не слишком глубоко.

8.2. Часто используемые методики травления

Рассмотрим методики травления, наиболее часто применяемые в лабораторной практике.

Наиболее широко применяемая методика для выявления макроструктуры сталей – горячее химическое травление в 50% водном растворе соляной кислоты (HCl). Травление осуществляют окунанием в реактив на 10-40 минут при температуре 60-80°C (рис. 8.6). Таким образом удаётся выявить дендритную структуру, дефекты и макросегрегации. Данный метод является одним из рекомендуемых ГОСТ 10243-75 «Методы испытаний и оценки макроструктуры».

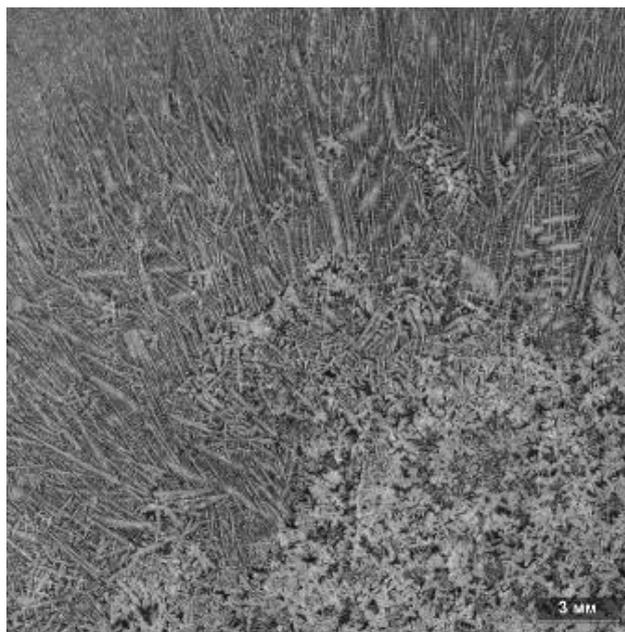


Рис.8.6. Структура макротемплета после травления в водном растворе соляной кислоты.

Наиболее широко применяемая методика для выявления микроструктуры сталей – химическое травление в 3% спиртовом растворе азотной кислоты (HNO₃). Травление выполняют протиранием в течение 5-15 сек. при комнатной температуре (рис. 8.7). Эта методика общего назначения позволяет выявлять одновременно зёрненную структуру, составляющие, микросегрегации и дефекты.

Данный метод является одним из рекомендуемых ГОСТ 5639-82 «Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна».

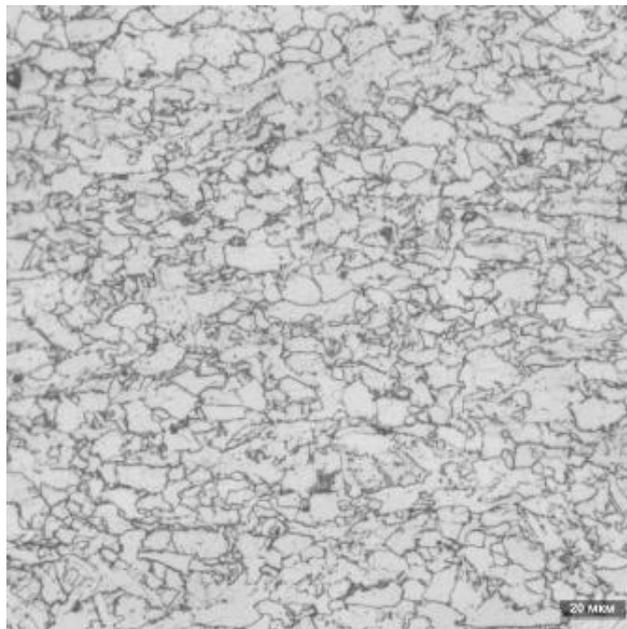


Рис.8.7. Структура микрошлифа после травления в спиртовом растворе азотной кислоты.

Для выявления границ бывшего аустенитного зёрна в мартенситных сталях часто применяют химическое травление реактивом Маршалла: 1 часть базового р-ра (5 мл H_2SO_4 + 8 мл щавелевой кислоты + 100 мл H_2O) + 1 часть H_2O_2 . Травление выполняют протиранием до окончания газовыделения. Данный реактив выявляет карбиды, поэтому мартенситные стали предварительно подвергают отпуску, в результате которого частицы цементита выделяются преимущественно по границам бывшего аустенитного зерна. При дальнейшем травлении границы зёрен оказываются более контрастными, чем внутренняя структура мартенсита (рис. 8.8).

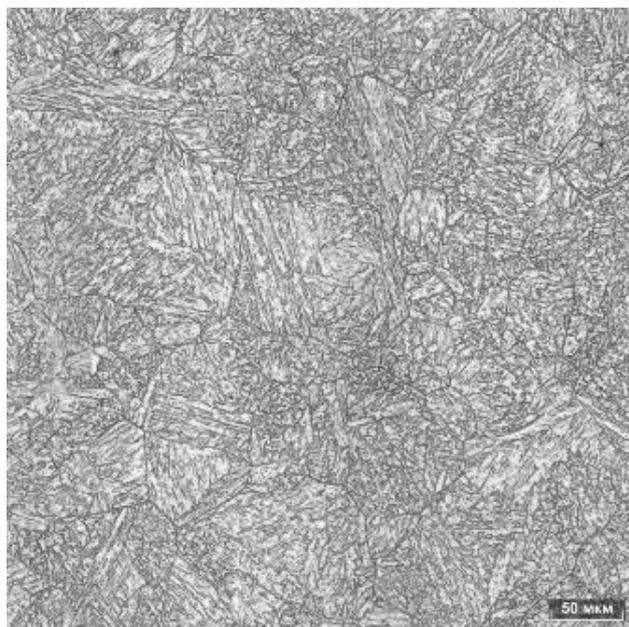


Рис.8.8. Структура мартенситной стали после травления в реактиве Маршалла.

Для выявления микроструктуры аустенитных нержавеющей сталей одним из широко используемых методов является электрохимическое травление в 60% водном растворе азотной кислоты (HNO_3). Травление выполняют при напряжении 1,2В в течение 15 сек. – 2 мин. в зависимости от состава стали (рис. 8.9). Метод хорошо выявляет зёрненную структуру, двойники, включения δ -феррита.

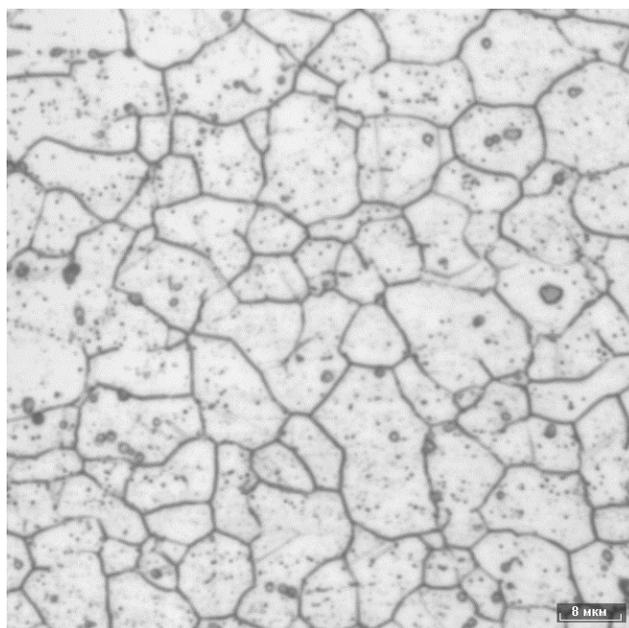


Рис.8.9. Структура аустенитной стали после травления в водном растворе азотной кислоты.

Для некоторых задач бывают полезны методы цветного травления сталей, одним из которых является химическое травление в 10% водном растворе

метабисульфита натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$). Травление выполняют окунанием в реактив на 10 сек. – 2 мин. Методика позволяет выявлять микросегрегации, зёрнистую структуру, кристаллографические ориентации фаз (рис. 8.10).

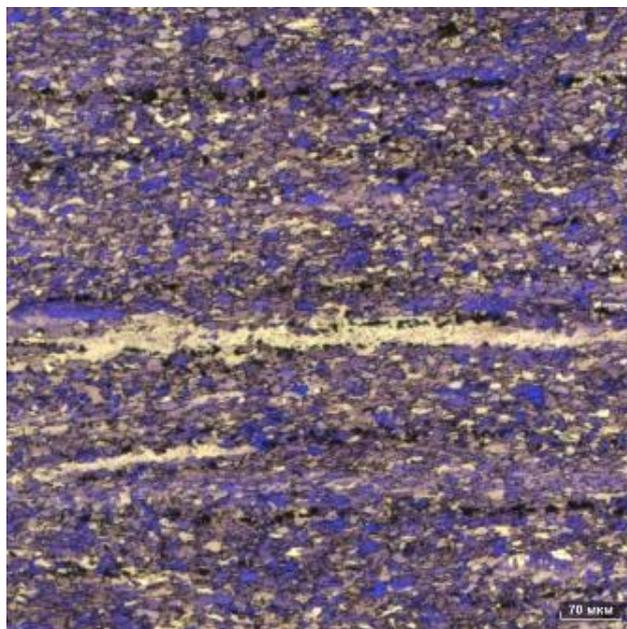


Рис.8.10. Структура низкоуглеродистой стали, выявленная с помощью цветного травления в водном растворе метабисульфита натрия.

Существует множество различных методов травления, которые используют для достижения различных целей, такие как селективное травление, выявление структуры цветных сплавов и т. д. Больше информации по теме можно найти в различных справочниках по металлографии [7, 8].

9. Оптическая микроскопия

Микроскоп – оптическое устройство для получения увеличенных изображений объектов (или деталей их структуры), невидимых невооружённым глазом.

В отличие от биологии, в металловедении необходимо исследовать структуру поверхности непрозрачных образцов. Поэтому металлографический микроскоп построен по схеме отражённого света: вокруг линзы объектива установлены специальные отражатели. Система призм и зеркал направляет свет, он отражается от непрозрачного объекта и направляется обратно в объектив и далее следует в окуляр.

Классификация металлографических микроскопов

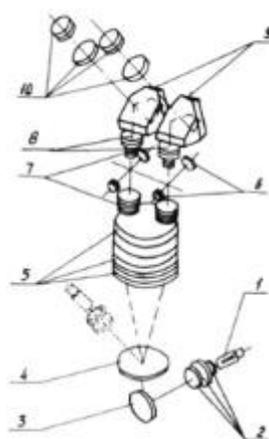
По методу визуализации различают микроскопы плоского поля и стереомикроскопы.

Микроскопы плоского поля – оптическая система обеспечивает визуализацию объекта в двухмерном пространстве, ввиду малой глубины резкости, однако благодаря этому они работают во всём диапазоне увеличений оптических микроскопов. Данный вид микроскопов является наиболее применяемым в металлургической экспертизе.

Стереоскопические микроскопы (рис. 9.1) – изображение объекта воспроизводится в трёхмерном пространстве. За счёт большой глубины резкости они позволяют наблюдать одновременно всю поверхность образца, даже если она не плоская, однако обладают небольшим увеличением, как правило, до $\times 100$.



а



1 – электролампа; 2 – конденсор; 3 – зеркало; 4 – предметное стекло;
5 – объектив $f' = 90\text{мм}$; 6 и 7 – система Галилея; 8 – объектив $f' = 180\text{мм}$;
9 – призма Шмидта; 10 – окуляры

б

Рис.9.1. Стереоскопический микроскоп (а) и его принципиальная схема (б).

По расположению объектива в оптической схеме микроскопы могут быть прямыми и инвертированными.

В *прямых микроскопах* объектив расположен над образцом сверху объекта (рис. 9.2). Такая схема часто применяется в стереомикроскопах. Её удобно использовать для микроскопов с простой оптической схемой. Одним из недостатков такой схемы в металловедении является высокие требования к плоско-параллельности образца при работе с большими увеличениями.



Рис.9.2. Прямой металлографический микроскоп.

В *инвертированных микроскопах* объектив располагается под образцом (рис. 9.3). Наиболее широко применяемая в металлографии схема. За счёт того, что образец помещается на столик исследуемой плоскостью вниз, исследуемая поверхность строго параллельна объективу, что позволяет получать изображения в остром фокусе и при больших увеличениях.



Рис.9.3. Инвертированный металлографический микроскоп.

По методу освещения микроскопы классифицируются следующим образом:

- микроскопы *проходящего света*, в которых свет проходит сквозь прозрачные или полупрозрачные объекты, используются для биологических, медицинских и минералогических исследований;
- микроскопы *отражённого света* – в которых свет проходит через оптическую систему микроскопа, отражается от объекта и вновь проходит через объектив, увеличивая изображение объекта – наиболее широко используются в металлографии;
- в микроскопах *падающего света* (к ним относятся многие стереомикроскопы) свет падает на объект, минуя объектив, отражается от объекта, и лишь затем попадает в оптическую систему микроскопа.

Главным инструментом для исследования структур металлов и сплавов в рамках металлургической экспертизы являются плоские инвертированные микроскопы отражённого света. Рассмотрим их оптическую схему на примере микроскопа «МИМ-7» (рис. 9.4), пройдя вместе со световым лучом от источника света (23) к окуляру (5).

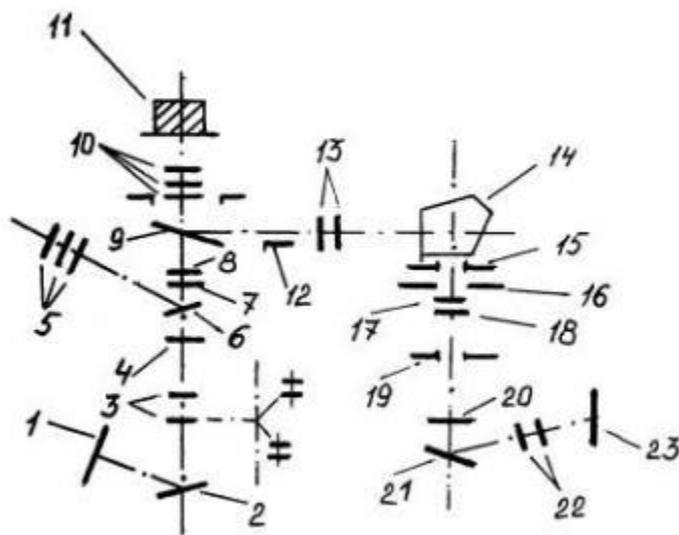


Рис.9.4. Оптическая схема металлографического микроскопа МИМ-7:

- 1 – Матовый экран, 2 – Зеркало, 3 – Оптическая система экрана, 4 – Рамка, 5 – Оптическая система окуляра, 6 – Полупрозрачное зеркало, 7 – Ахроматическая линза, 8 – Анализатор, 9 – Полупрозрачное зеркало, 10 – Оптическая система объектива, 11 – Образец, 12 – Откидная диафрагма, 13 – Линза, 14 – Пентапризма, 16 – Фотозатвор, 17 – Поляризатор, 18 – Линза, 20 – Светофильтр, 21 – Зеркало, 22 – Коллектор, 23 – Источник света.

Свет проходит от источника света (23) к коллекторам (22) и отражается от зеркала (21) к светофильтрам.

Светофильтры (20) позволяют выборочно блокировать или уменьшать интенсивность определенной длины волны, пропуская другие. С помощью фильтров можно компенсировать оптические искажения и недостатки системы освещения. После этого световой луч проходит через апертурную диафрагму (19).

Апертурная диафрагма ограничивает свет, попадающий в систему микроскопа, отсекая периферийные направленные под углом лучи. С увеличением диаметра отверстия освещённость изображения увеличивается, но косые лучи снижают контрастность рельефных элементов структуры. За счёт этого сужением апертуры увеличивает глубину резкости (глубину «острого фокуса»), что позволяет повысить детализацию изображения, но в то же время снижает разрешение оптической системы из-за дифракции света на краях диафрагмы. Если сузить апертуру сверх необходимого, избыточный контраст на рельефе может сделать изображение нечитаемым. В связи с этим апертура оптической системы должна быть оптимальной, что достигается опытным путём (рис. 9.5).

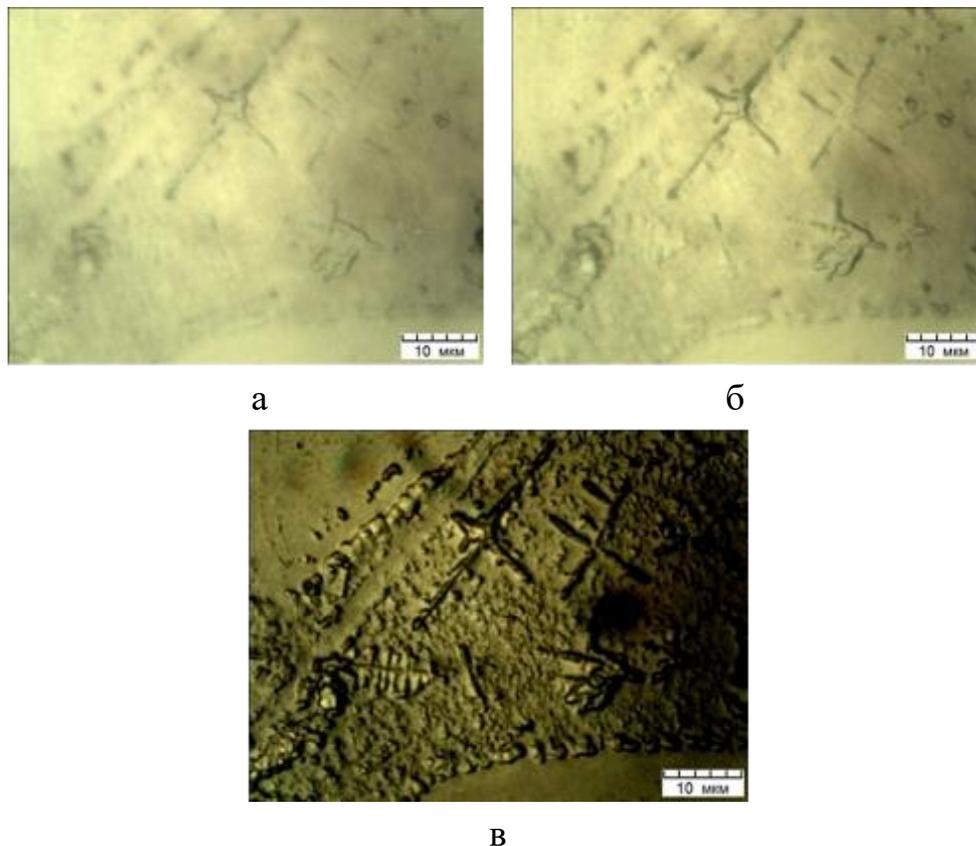


Рис.9.5. Работа апертурной диафрагмы: изображение структуры при открытой (а), оптимальной (б) и избыточно суженной (в) апертуре.

Далее световой луч проходит через линзу (18) и поляризационный фильтр (17), о котором будет сказано позже. Фотозатвор (16) не используется в современных микроскопах – он не требуется при использовании современных цифровых видеокамер. Следующая часть схемы – полевая диафрагма (15).

Полевая диафрагма – диафрагма, ограничивающая поле зрения окуляра. Расположенная после оптической схемы осветителя, полевая диафрагма используется для изменения размера поля зрения для использования со стандартными шкалами, размер которых строго задан ГОСТами (Рис. 9.6). Как видно, влияние полевой диафрагмы на качество изображения не так существенно, как апертурной диафрагмы, хотя небольшое падение яркости света на периферии поля всё ещё наблюдается.

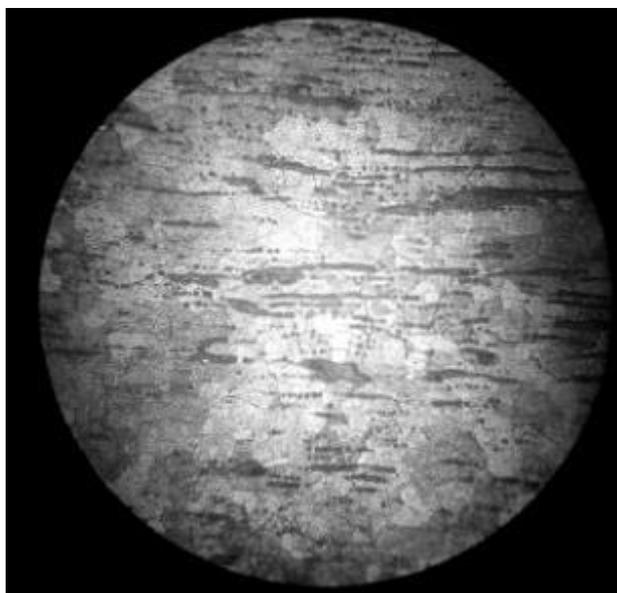


Рис.9.6. Работа полевой диафрагмы.

Так называемая пентапризма (14) отражает луч света на 90° . Далее тот проходит через линзу (13) к полупрозрачному зеркалу (9), которое отражает луч вверх через объектив (10) к поверхности образца (11).

Объектив является основным элементом устройства микроскопа, обеспечивающим требуемое увеличение. Увеличение объектива обычно варьируется от $\times 2,5$ до $\times 100$.

Существует несколько основных типов объективов, определяемых по их способности компенсировать aberrации – искажения оптической схемы:

Компенсация искажения цветов:

- *ахроматы* – это объективы, который предназначены для ограничения эффектов хроматической (для двух длин волн) и сферической aberrации (они обеспечивают плоское поле на 65% площади изображения);

- *полуапохроматы* хроматически исправляют красный и синий цвета, и лишь частично зелёный; также они сферически скорректированы по синему и зелёному цветам;
- в *апохроматических* объективах добавлена коррекция хроматической аберрации для 3-х или более длин волн и сферической аберрации (как правило, это лучшие объективы, но и самые дорогие).

Компенсация искажения формы объектов (сферическая аберрация):

- *полуплан* – это объектив, который предназначен для ограничения эффектов хроматической и сферической аберрации, обеспечивающий плоское поле на 80% площади изображения;
- *план* – это объектив, который предназначен для ограничения эффектов хроматической (для двух длин волн) и сферической аберрации, обеспечивая плоское поле на 95% площади изображения.

После этого световой луч отражается от поверхности образца обратно к объективу, проходит через полупрозрачное зеркало к анализатору (8, используется при поляризационном методе контрастирования, будет рассмотрен позже), ахроматической линзе (7), другому полупрозрачному зеркалу (6). После этого луч делится на два. Один луч попадает в оптическую систему 1-4 смотрового экрана (в современных микроскопах там обычно находится слот цифровой видеокамеры). Другой луч попадает в *окуляр* (5), который, как правило, имеет 10-кратное увеличение. *Таким образом, увеличение всей оптической системы микроскопа варьируется от $\times 25$ до $\times 1000$.*

Существуют микроскопы с полным увеличением, превышающим $\times 1500$, но обычно в этом нет необходимости, поскольку объекты размером 1 мкм или меньше (различимые уже при $\times 1000$) не могут быть различены в оптической системе из-за дифракции – длина волны видимого света может достигать до 0,8 мкм, ввиду чего *любые объекты меньше этого размера всегда будут расфокусированы*, сколько бы линз не было установлено в оптическую схему.

Для получения изображения на оптическом микроскопе используют целый ряд различных методов контрастирования, 4 из которых нашли широкое применение.

9.1. Методы контрастирования в оптической микроскопии

Метод *светлого поля* в отражённом свете используется для исследования непрозрачных объектов. Образец освещается через объектив, который одновременно играет роль конденсора. Лучи отражаются от полированной

поверхности обратно в объектив. Лучи, попадающие на элементы рельефа, рассеиваются и в основном не попадают в объектив (рис. 9.7, а). Таким образом, неровные участки структуры выглядят тёмными, а полированные – светлыми (рис. 9.8, а).

Важно помнить, что цвет, видимый в микроскоп, не обязательно совпадает с цветом, который можно было бы наблюдать без применения инструмента. Например, образец после активного травления реактивом ниталь для невооружённого глаза выглядит светлым, однако при его наблюдении в микроскоп в режиме светлого поля мы будем видеть тёмные границы зёрен. Причина в том, что мы видим не цвет самих границ, а лишь тот факт, что их рыхлая поверхность после травления лучше рассеивает свет.

Микроскопия *тёмного поля* – способ освещения образца с исключением нерассеянного луча из изображения (рис. 9.7, б). В результате полированная поверхность выглядит тёмной, а неровные участки – светлыми (рис. 9.8, б). Такой метод используется для исследования включений, граница которых рельефна, а также для оценки зерна, когда контрастность выявленных границ недостаточная для метода светлого поля.

Принцип его работы заключается в следующем:

- Диск особого размера, осевая бленда, помещается на пути луча так, что он блокирует часть света от источника, оставляя только внешнее кольцо освещения. Конденсорная линза фокусирует свет на образец.
- Косой свет отражается от образца: на полированных участках – зеркально, а на неровных – рассеивается.
- Часть рассеянного света попадает на линзу объектива, тогда как зеркально отражённый свет просто не попадает на линзу.

Таким образом только рассеянный свет продолжает создавать изображение.

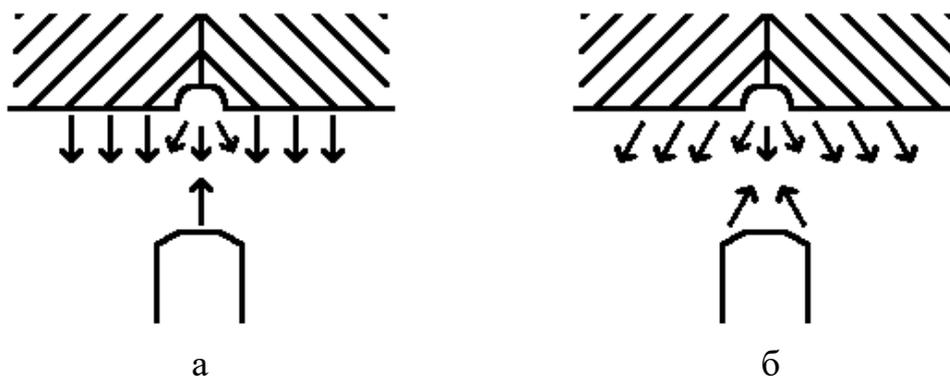


Рис.9.7. Принцип действия методов светлого (а) и тёмного (б) поля.

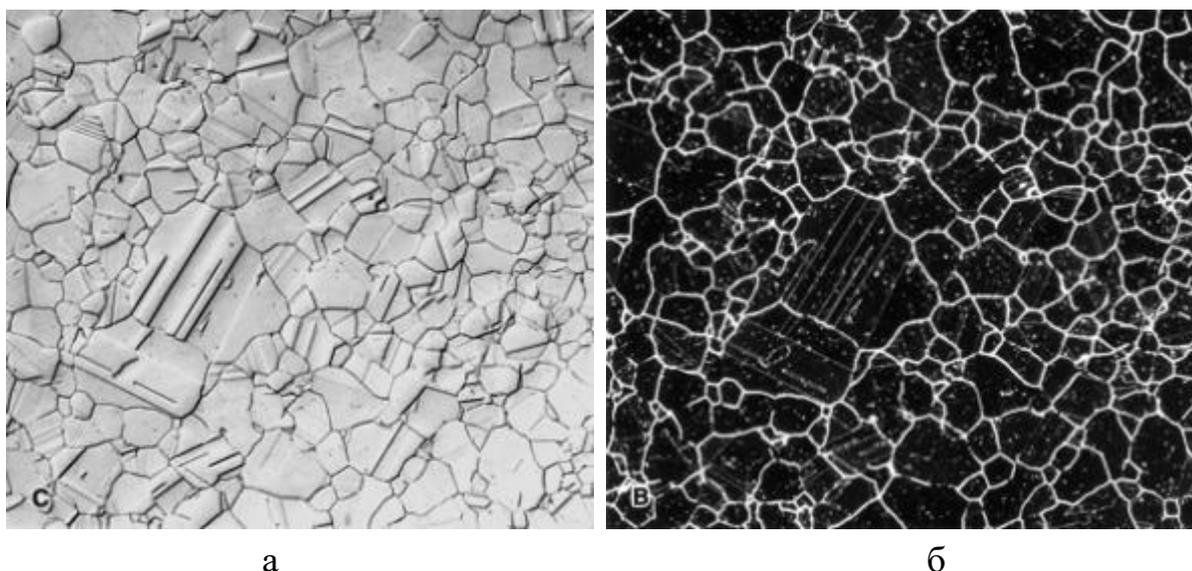


Рис.9.8. Вид структуры стали в режиме светлого (а) и тёмного поля (б).

Другой метод освещения – метод *поляризованного света*.

В поляризованном свете колебания происходят только в одном конкретном направлении в плоскости, перпендикулярной направлению распространения света.

В схему оптического микроскопа вводят 2 николя (*призма Николя – устройство для поляризации света*): фиксированный поляризатор (17) и вращающийся анализатор (8). Проходя через первый, свет поляризуется и, в таком состоянии, попадает на образец. Поверхность образца должна влиять на поляризацию света для того, чтобы метод работал.

Например, это достигается плёночным травлением: как было сказано ранее, толщина плёнки на разных зёрнах при таком методе травления оказывается разной и, за счёт этого, свет, проходя через плёнку и отражаясь от образца, деполяризуется в разной степени.

Вращением анализатора достигается необходимый контраст изображения. Если повернуть анализатор так, чтобы его направление поляризации оказалось под прямым углом к направлению поляризатора, достигается положение скрещивания, при котором весь поляризованный свет поглощается и окуляра достигает только деполяризованный на образце свет (рис. 9.9). При меньших углах контраст изображения снижается, но больше света доходит до окуляра, повышая яркость.

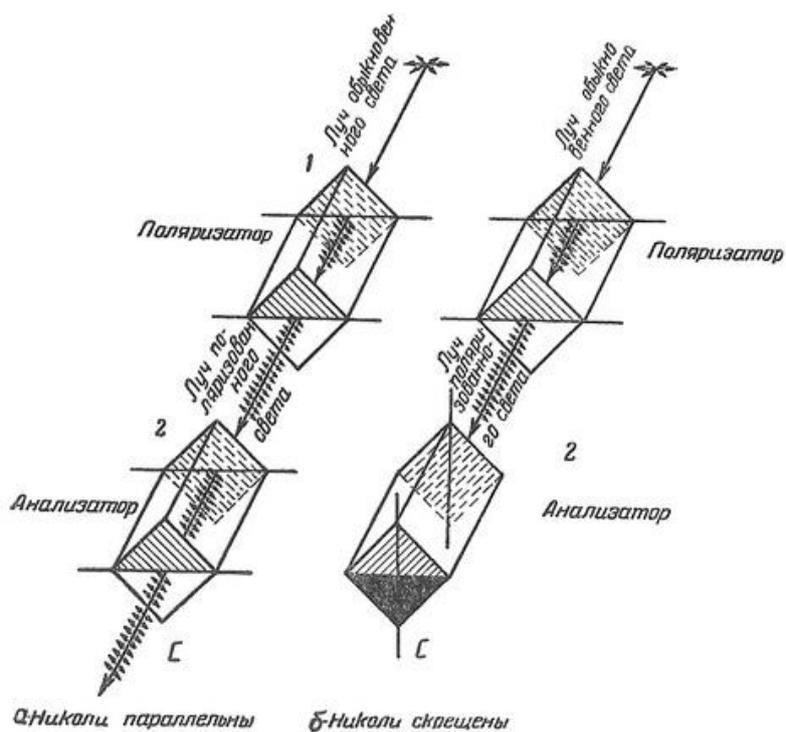


Рис.9.9. Схема скрещивания николей.

Поскольку степень деполяризации разная, количество света, приходящее от разных зёрен, оказывается разным. Зерна, по-разному ориентированные к плоскости образца, будут иметь разную яркость (рис. 9.10). Также некоторые неметаллические включения выглядят иначе в поляризованном свете. Например, силикаты в поляризованном свете отражают свет в форме мальтийского креста (рис. 9.11).

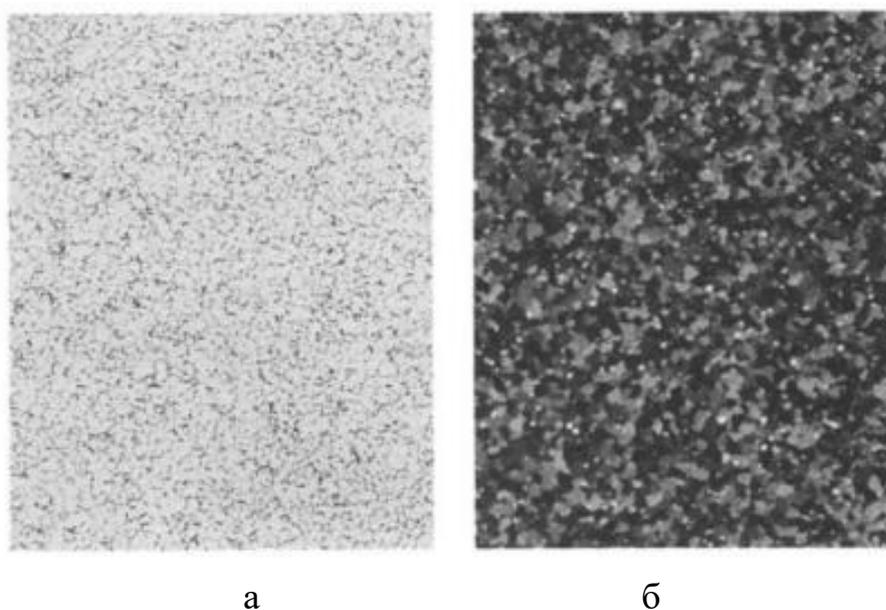


Рис.9.10. Структура титана после травления, наблюдаемая в светлом поле (а) и в поляризованном свете (б).



Рис. 9.11. Силикатное включение в стали при наблюдении в поляризованном свете.

Для облегчения восприятия изображения используется так называемая λ -пластина, помещаемая в оптическую схему микроскопа и позволяющая окрасить зёрна в разные цвета в зависимости от их яркости в поляризованном свете (рис. 9.12).



Рис.9.12. Вид структуры алюминиевого сплава при использовании поляризованного света с λ -пластиной.

Возможно получение цветного изображения структуры и с помощью других специальных методов. Следует помнить, что полученные в этом случае цвета также условны и не обязательно связаны с оптическими свойствами фаз. К таким методам относится метод *дифференциально-интерференционного контраста* (ДИК). Метод выявляет перепады рельефа, которые могут вообще не

фаз. По этой причине другим часто применимым методом микроскопии является сканирующая электронная микроскопия.

10. Сканирующий электронный микроскоп

Работа сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) основана на использовании заранее сформированного тонкого электронного пучка (зонда), положение которого контролируется электромагнитными полями (рис. 10.1).

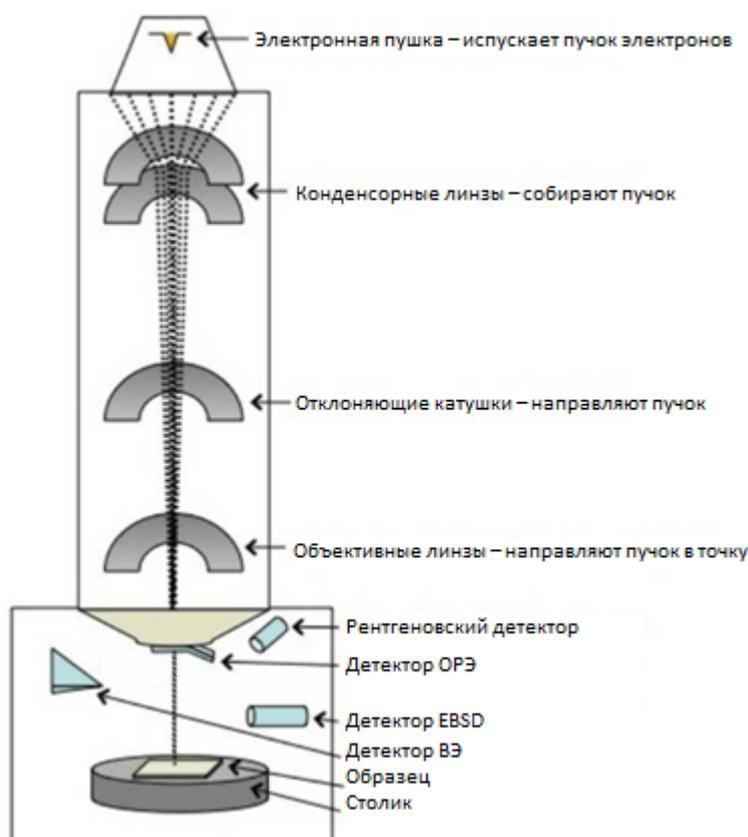


Рис.10.1. Принципиальная схема СЭМ.

Этот контроль (сканирование) во многом аналогичен процессу сканирования в старых телевизионных кинескопах. Электронный зонд последовательно проходит по поверхности образца. Одновременно на мониторе компьютера строится изображение – яркость пикселя на мониторе пропорциональна величине зарегистрированного сигнала (рис. 10.2). Сканирующий электронный микроскоп позволяет получить увеличение от 5 до 1000000 крат с сохранением хорошего контраста изображения.

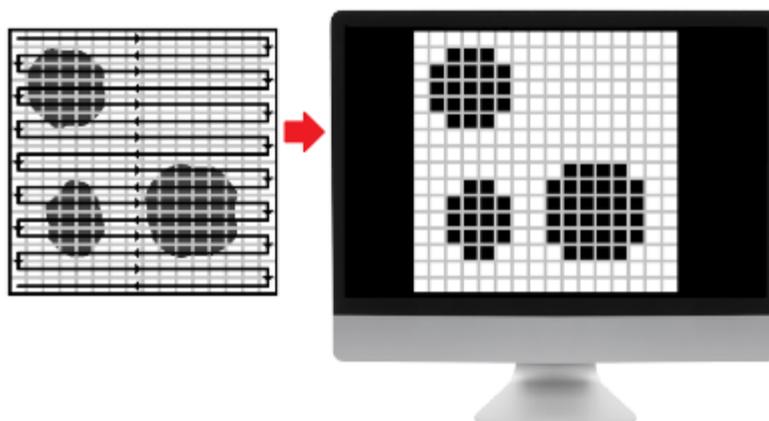


Рис.10.2. Принцип построения изображения образца в СЭМ.

СЭМ позволяет исследовать изломы или другие неровные поверхности, однако для исследования микроструктуры или неметаллических включений металлографический образец следует отполировать. Непроводящие образцы обычно покрывают тонким проводящим слоем для удаления заряда (рис. 10.3), накопленного на поверхности образца под воздействием зонда. Для токопроводящих покрытий используется углерод, золото или сплав золото-палладий. Первый полезен для рентгеновского микроанализа. Покрытие из золота или его сплавов позволяет получать изображения с большим увеличением и контрастом (чаще всего без собственной визуализации). Альтернативно используют специальный токопроводящий скотч, с помощью которого соединяют поверхность образца со столиком микроскопа.



Рис.10.3. Вакуумная камера для покрытия образцов углеродом.

Под воздействием зонда происходит ряд процессов, приводящих к испусканию электронов и излучений. Регистрация выходящих из объекта электронов, а также других видов излучения (характеристического, светового) даёт информацию о различных свойствах микрообластей исследуемого образца. Системы визуализации и другие элементы сканирующих микроскопов различаются в зависимости от типа исследуемого излучения.

Рассмотрим наиболее важные процессы, происходящие под воздействием зонда и их применение:

- Обратное рассеяние электронов;
- Эмиссию электронов с поверхности образца;
- Возникновение характеристического излучения;

10.1. Методы контрастирования в СЭМ

Все излучаемые в процессе работы прибора электроны имеют различную энергию, благодаря чему различные излучения можно регистрировать отдельно (рис. 10.4).

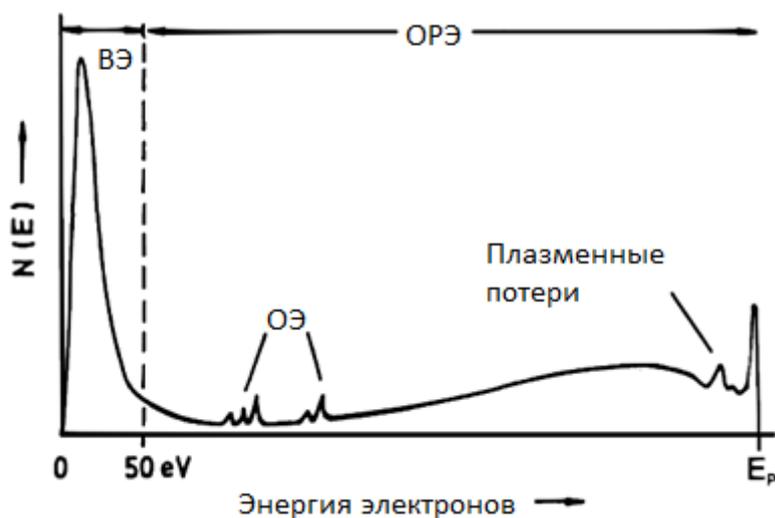


Рис.10.4. Схема электронов СЭМ.

Детектирование обратно-рассеянных электронов

Обратно-рассеянные электроны (ОПЭ или BSE) – это электроны с высокой энергией из исходного пучка, отражённые или рассеянные обратно в области взаимодействия образца. Количество обратно рассеянных электронов напрямую зависит от атомного номера облучаемого атома. Такая зависимость приводит к тому, что фазы, содержащие элементы с более высоким атомным номером, в BSE регистрируются как более яркие (рис. 10.5).

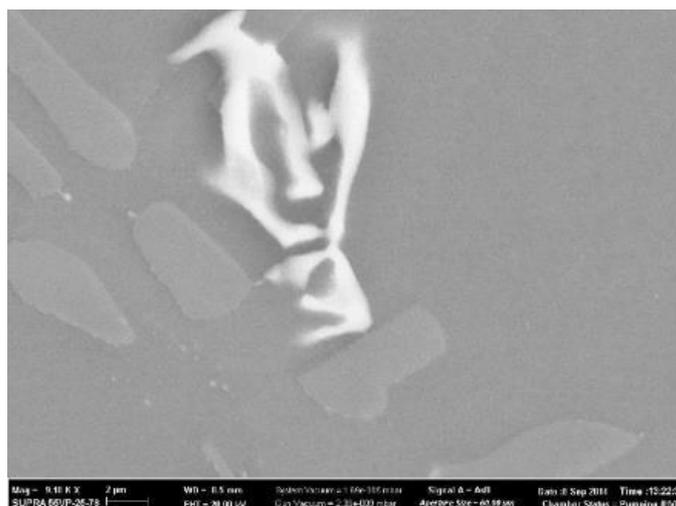


Рис.10.5. Изображение медьсодержащего интерметаллида в алюминии, полученное в режиме регистрации BSE.

Детектирование вторичных электронов

Вторичные электроны (ВЭ или SE) появляются, когда первичный электрон возбуждает электрон в атоме образца, теряя при этом большую часть своей энергии. Возбуждённый электрон движется к поверхности образца, испытывая упругие и неупругие взаимодействия, достигает поверхности и, если у него остаётся достаточно энергии, покидает поверхность. Количество вторичных электронов зависит от топографии поверхности образца (рис. 10.6). Из-за очень низкой энергии только те электроны, которые находятся в непосредственной близости от поверхности (<10 нм), могут покинуть образец. Любые изменения топографии, превышающие 10 нм, влияют на количество вторичных электронов.

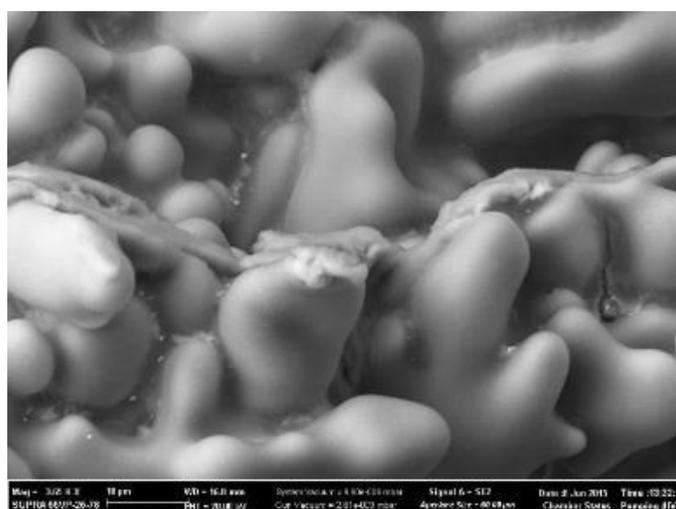


Рис.10.6. Изображение поверхности усадочной поры, полученное в режиме регистрации SE.

Рентгеноспектральный микроанализ и картирование

Облучение образца электронным зондом не только приводит к образованию SE и BSE, но и вызывает испускание характеристического рентгеновского излучения. Анализ этого излучения (PCMA или EDS) позволяет определить элементный состав микрообъёма образца (разрешение зависит от атомного номера и обычно составляет до 1 мкм). Важно помнить, что при таком анализе испускание излучения может происходить не только в целевой фазе, но и под её поверхностью, если её толщина мала, а также из областей вокруг, если размеры фазы на шлифе сопоставимы с разрешающей способностью метода. Будучи рентгеновским, данный анализ подвержен тем же ограничениям, что и другие подобные методы, т. е. точность и вообще возможность определения количества элементов снижается по мере уменьшения атомного номера. Как правило, в сталях содержание элементов легче кислорода определить этим методом достоверно не удаётся.

Используя рентгеновский детектор для определения количества каждого элемента в каждой точке образца, позволяет создавать карты распределения элементов (рис. 10.7). Эти карты вместе с результатами EDS можно использовать для идентификации фаз и неметаллических включений в сплавах.

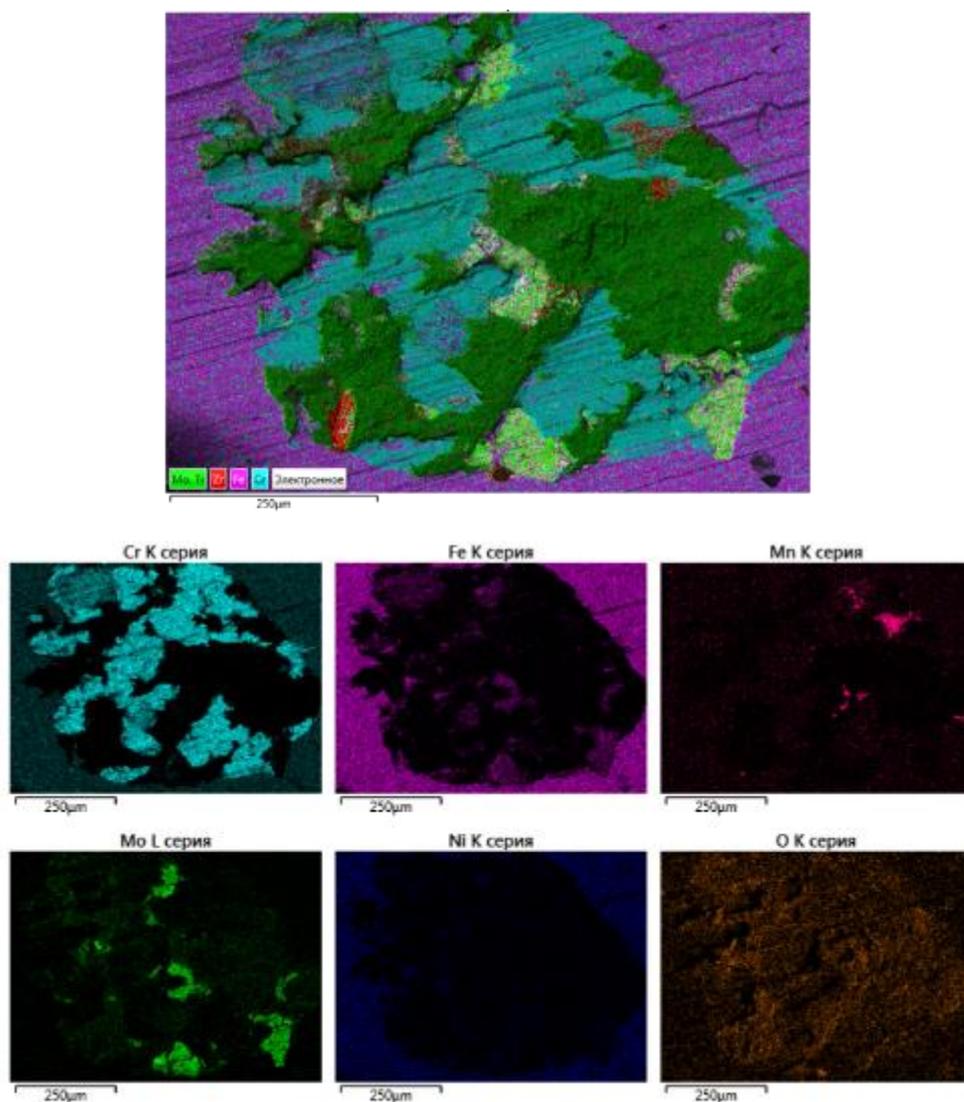


Рис.10.7. Пример карты комплексного неметаллического включения, построенной с помощью СЭМ.

Дифракция обратно-рассеянных электронов (EBSD)

Ускоренные электроны в первичном луче сканирующего электронного микроскопа могут подвергаться дифракции на атомных слоях в кристалле. Эти дифрагированные электроны образуют видимые линии, называемые линиями Кикучи, или «EBSP» (Electron Backscatter Patterns). Эти паттерны фактически представляют собой проекции кристаллографических плоскостей и являются прямой характеристикой кристаллической структуры и кристаллографической ориентации зерна, в котором они зародились. Полированный образец помещают в СЭМ и наклоняют примерно на 70° относительно нормального положения электронного зонда (рис. 10.8, а). Детектор представляет собой камеру с люминесцентным экраном. Камера находится на горизонтальном моторизованном столике. Паттерны линий Кикучи (рис 10.8, б) обрабатывают

для распознавания отдельных линий и построения карт кристаллографического строения образца (рис. 10.9).

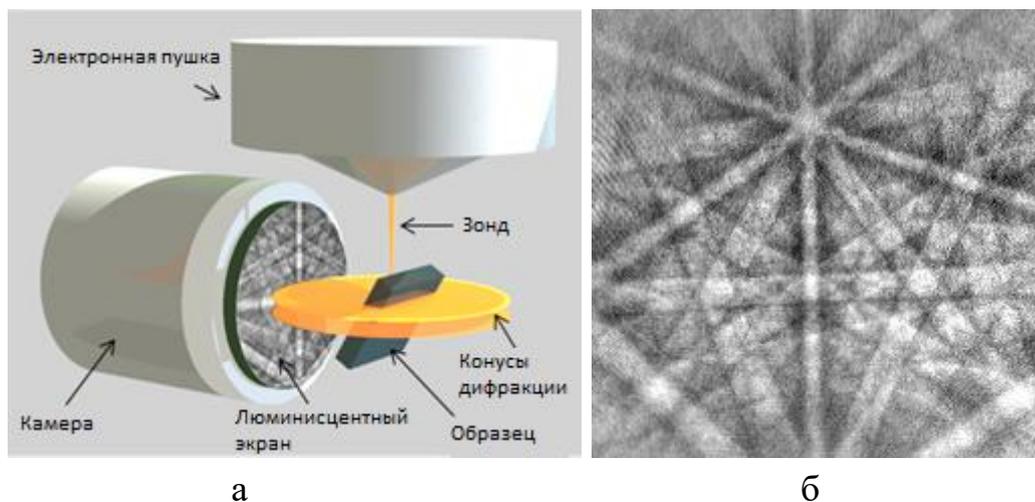


Рис.10.8. Принцип работы EBSD (а) и пример линий Кикучи (б).

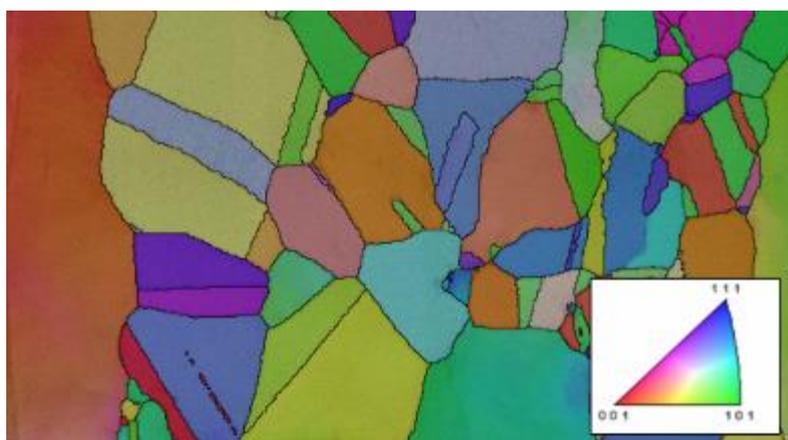


Рис.10.9. Кристаллография аустенитного зерна, определённая с помощью EBSD.

Метод EBSD используют для определения [9]:

- пространственной информации, которая может быть визуализирована на картах и изображениях, с пространственным разрешением 10 нм;
- визуализации микроструктуры и локальной текстуры;
- локальной деформации;
- точной идентификации фаз.

Тем не менее у метода есть некоторые ограничения:

- EBSP образуются на очень небольшой глубине внутри образца, поэтому на поверхности образца не должно быть повреждений кристаллической решётки. Механическое шлифование и полировка приводят к значительному повреждению поверхности шлифа, поэтому необходимо

проводить дополнительную химическую или электрохимическую полировку. А это – трудоёмкий и длительный процесс.

- Поскольку EBSP образуются очень близко к поверхности образца, нанесение проводящего покрытия крайне нежелательно.
- При меньших увеличениях угол падения луча на периферии поля зрения создаёт артефакты. Лучшее решение – использовать стационарный луч и получать данные по интересующей области, перемещая образец. Для этой процедуры требуется автоматизированный столик. Сбор данных при этом значительно медленнее, чем при сканировании.

Таким образом, используя оптическую и электронную микроскопию удаётся получить подробную информацию о макро и микроструктуре металла, составе фаз, его составляющих, их распределении и количестве.

Следующим шагом в оценке металла является количественная оценка его структуры, в основе которой лежит *стереометрическая металлография*, разработанная советским учёным Саркисом Андреевичем Салтыковым.

11. Стереометрическая металлография

Стереометрической металлографией названа система методов микроскопического исследования, позволяющих количественно оценить геометрические параметры пространственного микроскопического строения металлов и сплавов [10]. Главной её задачей является реконструкция трёхмерного строения металла на основании простых измерений, производимых на плоском шлифе.

Основанная на ней количественная металлография, широко применяемая сегодня, представляет собой систему методов микроскопического исследования, позволяющих количественно оценить геометрические параметры *пространственного* микроскопического строения металлов и сплавов.

Методы количественной металлографии отличаются от методов обычной (классической) металлографии следующим:

- объектом анализа и оценки в количественной металлографии является истинное *пространственное* строение материала, а не видимая в оптический микроскоп или на микрофотографии плоская структура;
- оценку микроскопического строения проводят *строго количественно*, путём измерения реальных параметров производственной структуры объекта анализа. Применение статистических методов анализа позволяет

проводить оценку этих параметров вполне объективно и с достаточной точностью.

Количественную металлографию эффективно используют для получения таких данных о строении металлов, как величина зерна, удельная поверхность границ зёрен, число микрочастиц в единице объёма сплава, форма и характер распределения микрочастиц в сплаве, структурный (фазовый) объёмный состав сплава и т.д.

Основные принципы стереометрической металлографии:

- определяемый параметр должен иметь строгий метод точной количественной оценки и статистической обработки;
- во всех плоскостях, параллельных исследуемой, измеряемая величина должна иметь одинаковое значение в пределах погрешности.

Известны семь основных математически строгих стереометрических соотношений, связывающих геометрические параметры трёхмерной, двухмерной и одномерной структур:

- 1) Доля фазы в объёме сплава, на площади шлифа, на секущей линии и доля случайных точек, попавших на фазу, равны друг другу

$$\sum V_{\alpha} = \sum F_{\alpha} = \sum h_{\alpha} = z_{\alpha}/z \quad (2)$$

- 2) Суммарная площадь поверхностей в единице объёма, суммарная длина линий их следов на единице площади шлифа и суммарное число точек следов на единице длины секущей линии пропорциональны:

$$\sum S = \frac{4}{\pi} \sum P = 2m \text{ мм}^{-1} \quad (3)$$

- 3) Суммарная длина линейных элементов в единице объёма пропорциональна среднему числу следов этих линий (т. е. точек) на единице площади случайной секущей плоскости:

$$\sum L = 2M \text{ мм/мм}^3 \quad (4)$$

- 4) Количество частиц в единице объёма сплава равно отношению количества сечений частиц на единице площади шлифа к средней высоте частиц:

$$N = \frac{n}{H} \text{ мм}^{-3} \quad (5)$$

- 5) Количество сферических частиц в единице объёма сплава пропорционально количеству сечений частиц на единице площади шлифа и среднему от обратных диаметрам сферических частиц на шлифе:

$$N = \frac{2}{\pi} (\overline{1/d}) n \text{ мм}^{-3} \quad (6)$$

- 6) Средняя кривизна граничных поверхностей сферических частиц пропорциональна средней кривизне линий их следов на шлифе:

$$\overline{K} = \frac{\pi}{4} \overline{k} \quad (7)$$

- 7) Средняя величина двугранных углов в объёме равна среднему их сечений случайной плоскостью:

$$\overline{\varphi} = \overline{\Phi} \quad (8)$$

На этих соотношениях основано большинство методов стереологии и стереометрической металлографии. Эти соотношения являются статистическими – они связывают средние значения параметров или их суммарные значения, отнесённые к единице площади шлифа или к единице длины секущей линии:

Автоматизированный анализ изображений может работать только с количественными данными параметров микроструктуры, выраженными конкретными величинами геометрических параметров микроскопического строения.

Двумерная или плоскостная структура, видимая в микроскоп, образуется при пересечении действительной трёхмерной структуры плоскостью шлифа и вне этой плоскости не существует. Количественная оценка микроструктуры параметрами её двумерного сечения, как правило, приводит к неправильному представлению о пространственном строении (рис. 11.1).

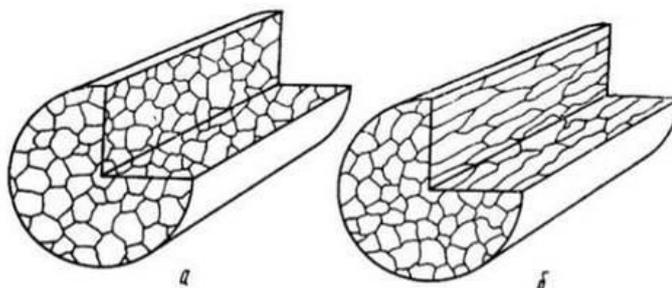


Рис.11.1. При одинаковой структуре поперечного шлифа пространственная структура может быть различной.

Микроскопическое строение металлических сплавов не имеет правильной геометрической формы, какую имеет, например, кристаллическая структура. Каждый из её геометрических параметров изменяется в более или менее широких пределах. В стереометрической металлографии поэтому широко используют статистические характеристики геометрических параметров структуры – среднее значение параметра, его дисперсию, среднее квадратическое отклонение, коэффициент вариации, плотность распределения и др.

С точки зрения геометрии пространственной микроструктуры любой металлический сплав или композицию можно рассматривать как конгломерат, состоящий из множества микроскопических тел (частиц), заполняющих определенный участок пространства и прочно связанных друг с другом по контактными поверхностям. Эти частицы могут быть металлическими и неметаллическими, а в некоторых случаях – пустотой (поры). В стереометрической металлографии каждая частица рассматривается как геометрическое тело микроскопического масштаба. Как и всякое геометрическое тело, микрочастица обладает вполне определенной формой и геометрическими параметрами – линейными размерами, площадью поверхности, объёмом и т. д. В каждой структуре число частиц определенной фазы является статистически постоянной величиной для единицы объёма сплава. Однако поскольку в объёме анализируемого металла едва ли найдутся хотя бы две микрочастицы, тождественные по форме и размерам, речь может идти только об использовании статистически средних величин этих (и других) геометрических параметров или об их суммарном значении, отнесённом к единице объёма анализируемой структуры.

Выбор увеличения для оценки структуры

Основные стереометрические соотношения выводятся на основании закономерностей геометрических вероятностей. При этом принимают, что структура однородна, т. е. её параметры статистически постоянны в объёмах, на секущих плоскостях и линиях, превышающих соответствующие единицы гомогенности микроструктуры. Единица гомогенности микроструктуры – тот минимальный объём структуры, площадь шлифа или длину линий, который содержит представительный образец микроструктуры, дающей качественно и количественно правильное представление о микроструктуре в целом.

Выбор плоскости исследования

Основные стереометрические соотношения, приведённые выше, действительны для любых структур независимо от числа фаз, формы, размеров, числа и расположения микрочастиц, наличия или отсутствия ориентации и т. п., при одном обязательном условии: *сечения пространственной структуры плоскостями или линиями, на которых выполняется измерение или подсчёт величин параметров, должны быть расположены случайно (беспорядочно) или ориентированы в пространстве относительно структуры, так что любое их положение или ориентации равновероятны.*

Это требование удовлетворяется при изометрической структуре, когда величины параметров не зависят от направления. В этом случае измерения или подсчёт параметров двумерной и одномерной структур могут быть выполнены на одном единственном шлифе.

Если же структура ориентирована в пространстве, правильные значения параметров двумерной и одномерной структур можно получить, выполнив их измерение или подсчёт на многих шлифах, плоскости которых равномерно ориентированы во многих направлениях пространственной структуры. Поскольку это затруднительно, при анализе ориентированных структур используют минимально необходимое число особым образом направленных шлифов с соответствующей коррекцией соотношений между параметрами трёхмерной, двумерной и одномерной структур, основываясь на наличии определенной симметрии таких структур.

12. Стандартные методики контроля структуры сталей

Современные стандарты по оценке структур сталей в разной степени используют стереологические принципы; все они допускают как строго количественную оценку, так и качественную, основанную на сравнении видимой структуры с эталонами. Рассмотрим 3 широко применяемые стандарта по оценке структур стали: ГОСТ 5639-82, ГОСТ 1778-70 и недавно обновлённый ГОСТ 5640-2020.

12.1. Оценка размера зерна на примере ГОСТ 5639-82

Стандарт «Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна» используется для оценки зёрненной структуры в сталях. Ряд приведённых в нем методов основан на вышеуказанных принципах стереометрической металлографии. Рассмотрим основные понятия, вводимые стандартом.

Зерна металлов – это отдельные кристаллы поликристаллического конгломерата, разделённые между собой смежными поверхностями, называемыми границами зёрен. Зерна могут быть равноосными и неравноосными. При наличии двойников зёрнами считают кристаллы вместе с двойниками.

Величина зерна – средняя величина случайных сечений зёрен в плоскости металлографического шлифа. Характеризуется номером или средним диаметром/площадью зерна. Среднее число зёрен на 1 мм^2 (m) площади шлифа связано с номером зерна (G) следующим уравнением:

$$m = 8 \times 2^G \quad (9)$$

Для равноосного зерна определение одного из размерных параметров зерна позволяет вычислить все остальные параметры на основании приведённой в ГОСТ таблицы 1. Для оценки неравноосного зерна следует использовать только *метод подсчёта пересечений границ зёрен*. Средний диаметр зерна в этом случае не характеризует зёрненную структуру.

Табл. 1 Усреднённые параметры равноосного зерна

| Номер зерна G | Средняя площадь сечения зерна a , мм^2 | Число зёрен на площади 1 мм^2 m | | | Среднее число зёрен в 1 мм^3 N_v | Средний диаметр зерна d_m , мм | Средний условный диаметр зерна d_L , мм |
|-----------------|---|---|---------|--------------|--|---|--|
| | | минимальное | среднее | максимальное | | | |
| –3 | 1 | 0,75 | 1 | 1,5 | 1 | 1,0 | 0,875 |
| –2 | 0,5 | 1,5 | 2 | 3 | 2,8 | 0,707 | 0,650 |
| –1 | 0,25 | 3 | 4 | 6 | 8 | 0,5 | 0,444 |
| 0 | 0,125 | 6 | 8 | 12 | 22,6 | 0,353 | 0,313 |
| 1 | 0,0625 | 12 | 16 | 24 | 64 | 0,250 | 0,222 |
| 2 | 0,0312 | 24 | 32 | 48 | 181 | 0,177 | 0,157 |
| 3 | 0,0156 | 48 | 64 | 96 | 512 | 0,125 | 0,111 |
| 4 | 0,00781 | 96 | 128 | 192 | 1448 | 0,088 | 0,0783 |
| 5 | 0,00390 | 192 | 256 | 384 | 4096 | 0,062 | 0,0553 |
| 6 | 0,00195 | 384 | 512 | 768 | 11585 | 0,044 | 0,0391 |
| 7 | 0,00098 | 768 | 1024 | 1536 | 32768 | 0,031 | 0,0267 |
| 8 | 0,00049 | 1536 | 2048 | 3072 | 92682 | 0,022 | 0,0196 |
| 9 | 0,000244 | 3072 | 4096 | 6144 | 262144 | 0,015 | 0,0138 |
| 10 | 0,000122 | 6144 | 8192 | 12288 | 741485 | 0,011 | 0,0099 |
| 11 | 0,000061 | 12288 | 16384 | 24576 | 2097152 | 0,0079 | 0,0069 |
| 12 | 0,000030 | 24576 | 32768 | 49152 | 5931008 | 0,0056 | 0,0049 |
| 13 | 0,000015 | 49152 | 65536 | 98304 | 16777216 | 0,0039 | 0,0032 |
| 14 | 0,000008 | 98304 | 131072 | 96608 | 47449064 | 0,0027 | 0,0027 |

Разнозернистой структурой считают структуру, в которой имеются зёрна, отличающиеся от основного (преобладающего) номера, соответствующего определённому эталону шкалы, более чем на 1 номер и занимающую на шлифе площадь более 10 %. В этом случае каждый номер зерна приводится отдельно с указанием занятой таким зерном площади.

Большинство расчётов в стандарте приведены для увеличения $\times 100$, однако также даны формулы пересчёта для других увеличений. Для оценки на образце выбирают несколько характерных полей зрения. В качестве результата оценки используется среднее по этим полям.

Среди всех методов определения величины зерна, приведённых в ГОСТ, рассмотрим 3 наиболее применяемых:

- *Сравнение с эталонными шкалами;*
- *Методы подсчёта пересечений границ зёрен (далее метод секущих);*
- *Метод подсчёта зёрен на единице площади шлифа.*

Метод сравнения с эталонными шкалами

Метод является наименее точным (ввиду субъективности оценки), но самым быстрым из приведённых в стандарте. Процедура не требует подсчёта зёрен или пересечений и включает сравнение зёрненной структуры с серией градуированных изображений в виде настенной диаграммы, прозрачных пластиковых накладок или сетки окуляра (рис. 12.1). Сами эталоны составлены так, чтобы выполнялось равенство (9), т.е. чем больше номер, тем дисперснее структура. Приведены эталоны для работы в режиме светлого и тёмного поля, а также для зерна с двойниками и мелкодисперсной структуры.

Оценка размера зерна обычно проводится путём прямого сравнения при том же увеличении, что и соответствующая шкала, и должна выполняться на трёх или более характерных участках образца. Процедура применяется к полностью рекристаллизованному или литым материалам с равноосными зёрнами.

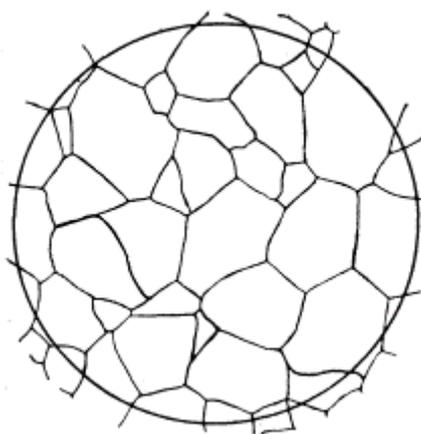


Рис.12.1. Пример эталонного изображения зерна в ГОСТ 5639-82.

Важно помнить, что при такой оценке размера зерна есть общая систематическая ошибка. Размер зерна, оценённый оператором, обычно несколько крупнее (номер зерна на 0,5 - 1 меньше), чем на самом деле.

Методы подсчёта пересечений границ зёрен

Данный метод является количественным и основан на принципах стереологии. Он является средним по трудоёмкости и точности из рассматриваемых методов. *В отличие от других, этот метод может быть использован для оценки неравноосных зёрен.*

Метод состоит в подсчёте зёрен, пересечённых отрезком прямой, и определении среднего условного диаметра – в случае равноосных зёрен или количества зёрен в 1 мм^3 – в случае неравноосных зёрен.

В рамках анализа проводят несколько отрезков произвольной длины. Длину отрезков выбирают так, чтобы каждый из них пересекал не менее 10 зёрен, а увеличение так, чтобы на исследуемой поверхности было не менее 50 зёрен. Далее подсчитывают точки пересечений отрезков прямых линий с границами зёрен. Зерна на концах прямой, не пересечённые ею целиком, принимают за одно зерно. Определяют суммарную длину отрезков L , выраженную в миллиметрах натуральной величины на шлифе, и суммарное число пересечённых зёрен N . Измерения проводят не менее чем в пяти характерных местах шлифа.

Подсчёт количества пересечений равноосных зёрен проводят на двух взаимно перпендикулярных отрезках прямых, проведённых в каждом из пяти мест шлифа (рис. 12.2). Средний условный диаметр зерна (d_L) в мм вычисляют по формуле:

$$d_L = \frac{L}{N} \quad (10)$$

где L – суммарная длина отрезков, мм;

N – общее число зёрен, пересечённых отрезками длиной L .

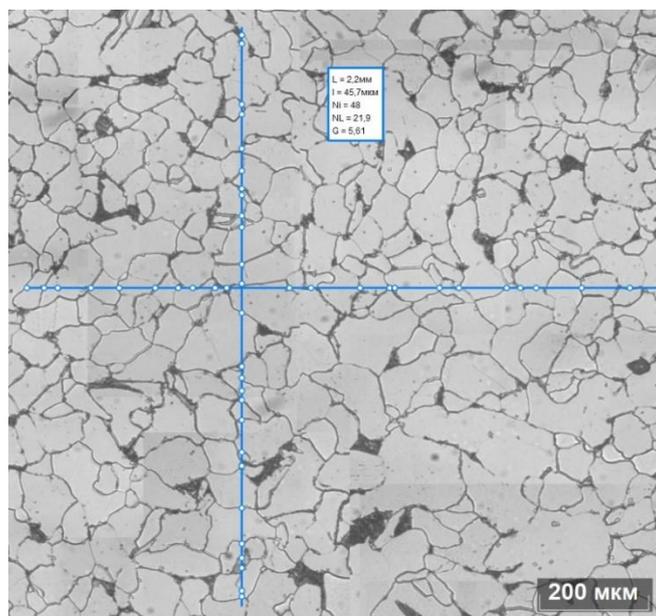


Рис.12.2. Пример оценки величины зерна методом секущих.

При оценке неравноосных зёрен оценивают число неравноосных зёрен в 1 мм³ шлифа. Исследуют шлифы, изготовленных вдоль и поперёк главной оси симметрии (например направления проката). В этом случае отрезки прямых проводят параллельно осям симметрии (рис. 12.3).

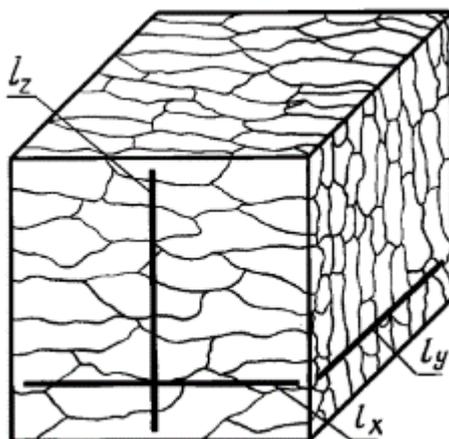


Рис.12.3. Построение отрезков в случае неравноосного зерна.

Среднее число неравноосных зёрен (N_V) в 1 мм³ объёма шлифа вычисляют по формуле:

$$N_V = 0,7N_xN_yN_z \quad (11)$$

где 0,7 – коэффициент, учитывающий неравноосность зёрен;
 N_x , N_y , N_z – количество пересечений границ зёрен на 1 мм длины в продольном, поперечном и перпендикулярном направлениях соответственно.

Метод подсчёта зёрен на единице площади шлифа (Планиметрический метод)

Данный метод является наиболее трудоёмким из приведённых, а также весьма требовательным к качеству выявленной структуры, однако он также является наиболее информативным и точным. Его следует применять только к равноосным зёрнам.

Метод заключается в определении количества зёрен на единице поверхности шлифа (1 мм²) и расчёте средней площади зерна и среднего диаметра зёрен (рис. 12.4).

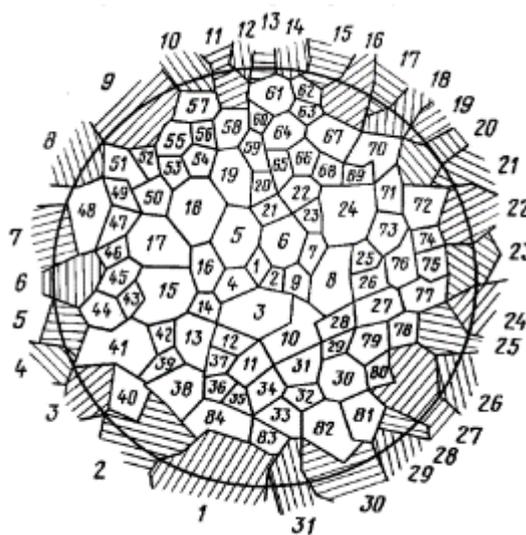


Рис.12.4. Пример определения количества зёрен в круглой области шлифа по ГОСТ 5639-82.

Увеличение подбирают из расчёта, чтобы на поверхности было не менее 50 зёрен. По методу необходимо оценить область шлифа площадью 0,5 мм². Общее количество зёрен (n_{100}) подсчитывают по формуле:

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} - \text{для круглой области} \quad (12)$$

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} - 1 - \text{для квадратной области} \quad (13)$$

где n_1 – число зёрен, попавших внутрь выбранной фигуры;
 n_2 – число зёрен, пересечённых её границами.

Количество зёрен m , приходящихся на 1 мм² площади шлифа, определяют по формуле:

$$m = 2n_{100} \quad (14)$$

Оценивают не менее трёх полей, после чего вычисляют среднее арифметическое измерений. Средняя площадь зерна, a , является обратной величиной m (то есть $1/m$), а средний диаметр зерна, d , является квадратным корнем из m .

12.2. Оценка неметаллических включений на примере ГОСТ 1778-70

Не все используемые сегодня стандарты по оценке качества сталей используют методы стереологии. В частности, отечественный ГОСТ 1778-70 «Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений» остаётся основным способом оценки НВ в сталях.

Стандарт предлагает следующие методы:

- метод Ш (варианты Ш1-Ш14) – сравнение с эталонными шкалами, применяется для испытания деформированного металла;
- метод К (варианты К1-К2) – подсчёт количества включений, применяется для испытания деформированного и литого металла;
- метод П (варианты П1-П4) – подсчёт количества и объёмного процента включений, применяется для испытания деформированного и литого металла;
- метод Л (варианты Л1-Л2) – линейный подсчёт включений; применяется для испытания литья.

В то время, как методы К, П и Л подразумевают количественную оценку, наиболее применяемым является метод Ш. Рассмотрим его подробнее.

Оценку проводят под микроскопом сравнением с эталонными шкалами при просмотре всей площади нетравленных продольных шлифов. Всего для оценки плавки отбирают 6 образцов.

Все включения подразделяются на следующие типы (рис. 12.5):

- оксиды строчечные (ОС) – тёмные точечные включения, выстраивающиеся в строчки в направлении деформации;
- оксиды точечные (ОТ) – тёмные точечные включения, равномерно распределённые по полю зрения;
- силикаты хрупкие (СХ) – осколки крупного тёмного включения, выстроенные в строчку в направлении деформации;
- силикаты пластичные (СП) – вытянутые в направлении деформации тёмные включения;
- силикаты недеформирующиеся (СН) – равноосные крупные тёмные включения;

- сульфиды (С) – вытянутые в направлении деформации светло-серые включения;
- нитриды и карбонитриды строчечные (НС) – серые или розово-оранжевые точечные включения, выстраивающиеся в строчки в направлении деформации;
- нитриды и карбонитриды точечные (НТ) – серые или жёлто-оранжевые точечные включения, равномерно распределённые по полю зрения;
- нитриды алюминия (НА) – серые или розоватые точечные включения, равномерно распределённые по полю зрения или выстраивающиеся в строчки в направлении деформации;

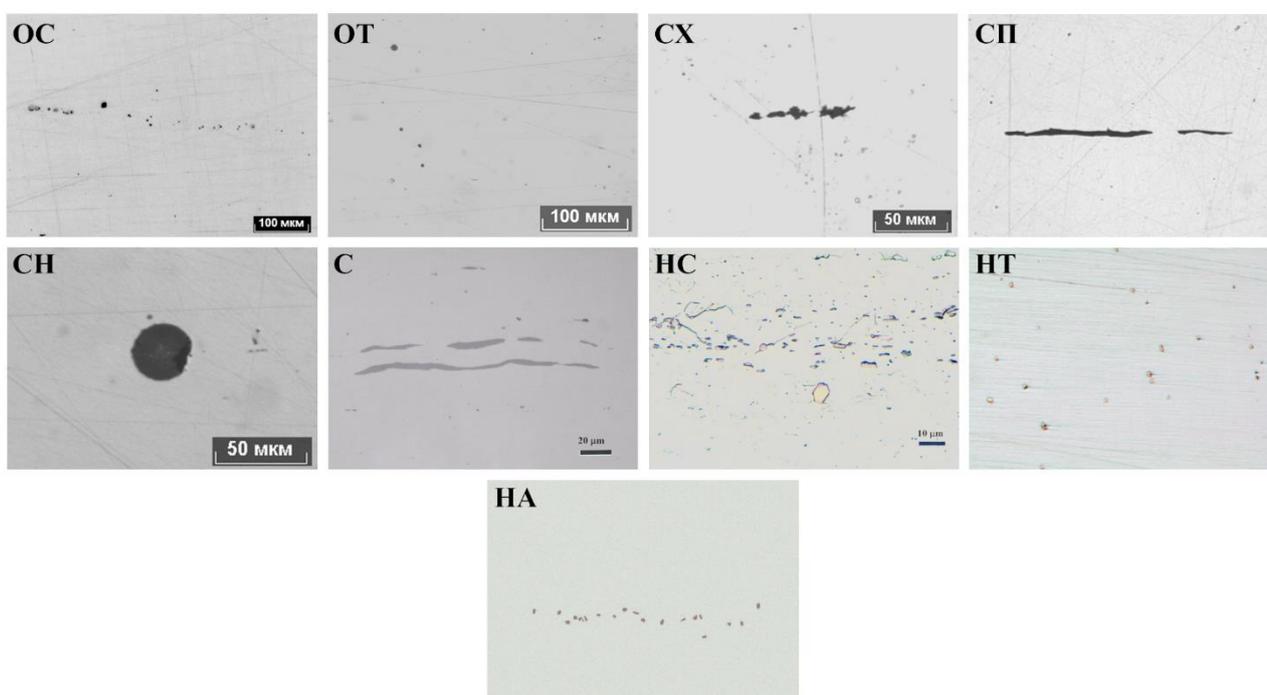


Рис.12.5. Примеры типов включений по ГОСТ 1778-70.

Важно помнить, что *типы включений по данному методу не связаны с их химическим составом, но лишь с их морфологией и внешним видом. Например, зачастую включения, относящиеся к СН, при детальном рассмотрении будут оказываться комплексными НВ, состоящими из различных оксидов, нитридов и сульфидов.*

Каждый тип включений оценивают *независимо* друг от друга баллом от 1 до 5. Если включения по форме и размерам не могут быть оценены одним из двух соседних баллов, допускается оценка в 0,5, 1,5 и т.д. Оценку 0 ставят при отсутствии какого-либо вида включений, а также когда включений более чем в 2 раза меньше по сравнению с баллом 1.

Варианты метода Ш отличаются друг от друга рабочим увеличением ($\times 100$ - $\times 200$), диаметром поля зрения, а также критериями оценки загрязнённости шлифа и всей плавки. Одним из часто используемых вариантов метода является Ш6 – оценка НВ при увеличении $\times 100$ и поле зрения диаметром 1,2мм, по которому определяется наиболее загрязнённое место шлифа по каждому виду включений. Плавка в этом случае оценивается по среднему и максимальному баллам, а также количеству образцов с максимальным баллом.

12.3. Оценка полосчатости структуры стали на примере ГОСТ 5640-2020

Помимо оценки структурно-свободного цементита, перлита и видманштеттовой структуры сравнением с эталонными шкалами данный стандарт позволяет оценивать полосчатость феррито-перлитной и феррито-бейнитной структур как по эталонам, так и с использованием современного компьютерного анализа изображений. Рассмотрим методики оценки полосчатости подробнее.

Прежде всего введём понятия, используемые в этих методиках.

«*Вторая фаза*» – перлит, бейнит и другие продукты распада аустенита, отличные по яркости от ферритной матрицы.

В данном случае слово «фаза» не является металлургическим термином, а относится к анализу изображений.

Полосчатость – способность элементов структуры сталей объединяться в отдельные слои, ориентированные вдоль направления прокатки.

Полосчатость структуры стали феррито-перлитного или феррито-бейнитного класса, а также стали с более сложной структурой (например, после закалки и отпуска) описывает характер взаимного расположения этих элементов структуры, в частности степень их разделения на отдельные, чётко выраженные слои, образовавшиеся вытягиванием областей микросегрегации вдоль направления деформации.

Ориентировка структуры – вытянутость отдельных элементов структуры или общая направленность структуры вдоль линии прокатки без разделения на чёткие слои.

В данном случае под этим понятием подразумевается анизотропия структуры.

Оценку проводят на полнотолщинных продольных шлифах длиной 40мм при увеличении $\times 100$ (в случае оценки по эталонам) или $\times 500$ (при

использовании анализатора изображений). При этом из анализа исключаются поверхностные слои в 10% толщины проката, а также осевая зона.

Оценка полосчатости стали по эталонным шкалам

В рамках метода исследования производится поиск поля зрения с наиболее выраженной полосчатостью, оценка которого и становится результатом анализа. В стандарте приведены 3 шкалы для оценки феррито-перлитной структуры в сталях с разным содержанием углерода, по 1-й шкале для оценки феррито-бейнитной полосчатости при увеличении $\times 100$ и $\times 500$, а также шкала анизотропии феррита (используется для оценки феррито-бейнитной полосчатости). Каждая шкала состоит из 5 изображений, выраженность и сплошность полос структурных составляющих на них возрастает от 1-го к 5-му изображению. Образцу присваивается оценка, равная номеру эталона.

Методика автоматизированной количественной оценки полосчатости

В последнем пересмотре стандарта была добавлена методика с использованием анализатора изображений, применимая для сталей феррито-перлитного, феррито-бейнитного класса и сталей с тремя и более структурными составляющими.

Измерения проводят на панорамном изображении площадью не менее $0,5 \text{ мм}^2$, что эквивалентно 16-25 обычным полям зрения, захваченным при увеличении микроскопа $\times 400$ - $\times 500$.

Назначенный по данной методике балл полосчатости эквивалентен соответствующему изображению эталона и определяется на основе коэффициентов полосчатости и анизотропии, вычисленных *методом направленных секущих* (рис. 12.6).

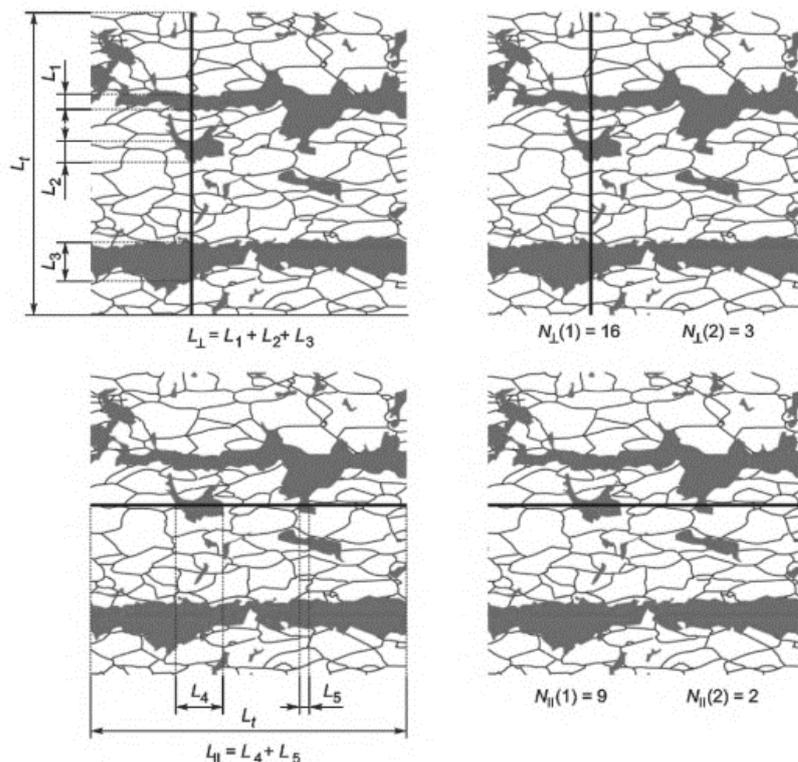


Рис.12.6. Схема измерений основных параметров структуры методом направленных секущих:

N_{\perp} – число пересечений секущей, *перпендикулярной* к направлению прокатки, с частицами «второй фазы», $N_{\perp}(2)$ или ферритным зерном, $N_{\perp}(1)$;

N_{\parallel} – число пересечений секущей, *параллельной* направлению прокатки, с частицами «второй фазы», $N_{\parallel}(2)$ или ферритным зерном, $N_{\parallel}(1)$;

L_{\parallel} , L_{\perp} – суммарная длина отрезков, отсечённых «второй фазой» на секущей, *параллельной* или *перпендикулярной* направлению прокатки;

L_{\perp} – длина секущей.

Сначала рассчитывают коэффициент анизотропии для зёрен феррита ($A(1)$) и «второй фазы» ($A(2)$) по формуле:

$$A = \frac{N_{\perp}}{N_{\parallel}} \quad (15)$$

Вытянутость (анизотропию) зёрен феррита или отдельных частиц «второй фазы» характеризуют отношением средних чисел пересечений частиц секущими, перпендикулярными к направлению прокатки и параллельными ему. Чем больше это отношение, тем более вытянуты эти структурные составляющие.

Далее вычисляются линейные доли «второй фазы» на секущей, *параллельной* и *перпендикулярной* направлению прокатки:

$$L_{L_{\parallel}} = \frac{L_{\parallel}}{L_t} \quad (16)$$

$$L_{L_{\perp}} = \frac{L_{\perp}}{L_t} \quad (17)$$

Расчёт повторяют для всех секущих на изображении, после чего вычисляют два стандартных отклонения линейной доли «второй фазы»: для секущих, параллельных и перпендикулярных направлению прокатки.

Наконец, коэффициент полосчатости определяют по формуле:

$$\Pi = \frac{\sigma_{L_{L_{\parallel}}}}{\sigma_{L_{L_{\perp}}}} \quad (18)$$

На полосчатой структуре доля «второй фазы», пересечённой секущими, параллельными к направлению прокатки, колеблется от значений, близких к нулю, если такие секущие проходят по полосам феррита, до практически 100%, если секущие проходят преимущественно по «второй фазе», т. е. стандартное отклонение будет велико. В то же время доля второй фазы, пересечённой секущими, перпендикулярными к направлению прокатки, будет примерно одинаковой на всех секущих, т. е. стандартное отклонение будет мало. Таким образом, отношение этих стандартных отклонений, измеренных вдоль и поперёк направления прокатки, может служить мерой полосчатости структуры. Коэффициент близок к 1 для изотропных структур и будет тем больше, чем больше полосчатость.

Расчитанные коэффициенты полосчатости и анизотропии используют для назначения балла в соответствии с деревом решений (рис. 12.7).

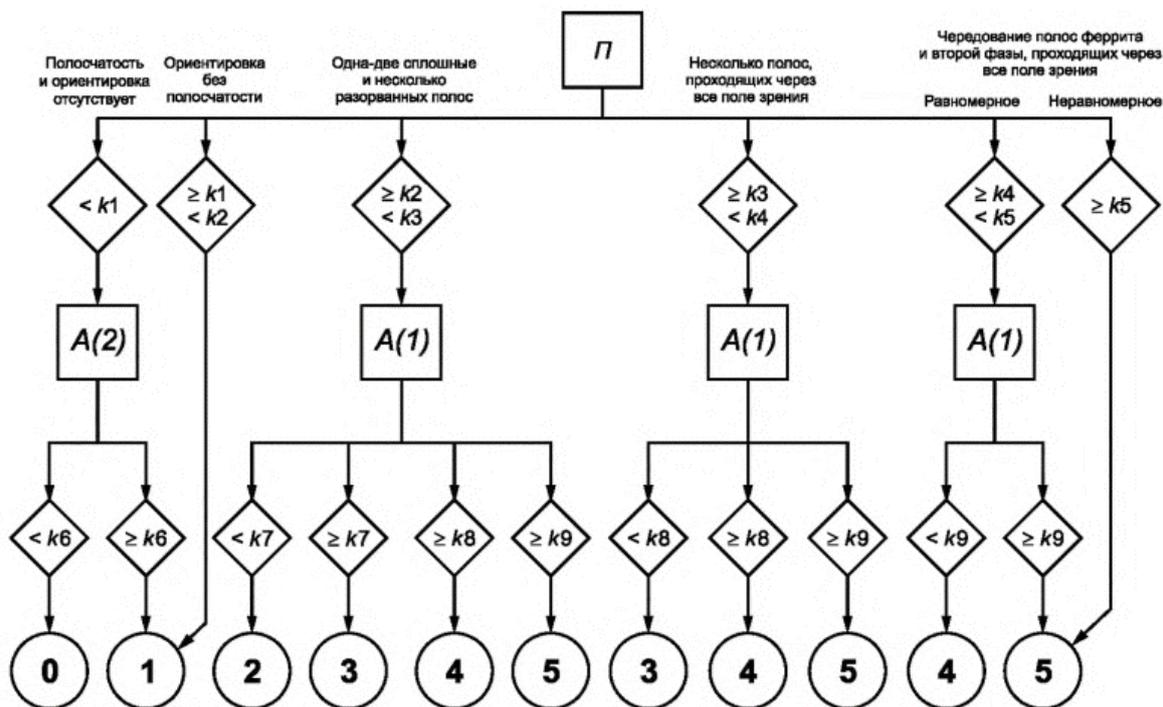


Рис.12.7. Дерево решений для определения балла методике автоматизированной количественной оценки полосчатости. Значения k_1 - k_9 определены экспериментально и указаны в ГОСТ 5640-2020.

В качестве основы для назначения балла используется параметр полосчатости. Далее проверяется коэффициент анизотропии ферритного зерна, и, в случае его повышенного значения, балл полосчатости также повышают (в соответствии с деревом решений).

Список литературы

1. Казаков А. А. Основы металлургической экспертизы. Численное моделирование фазовых превращений в жидкой и затвердевающей стали [Электронный ресурс]: учебное пособие / А.А. Казаков, С.В. Рябошук; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет. — Электрон. текстовые дан. (1 файл : 3,79 Мб). — Санкт-Петербург: Изд-во Политехн. ун-та, 2013. — Загл. с титул. экрана. — Электронная версия печатной публикации. — Свободный доступ из сети Интернет (чтение, печать, копирование). — Текстовый документ. — Adobe Acrobat Reader 7.0. — <URL:<http://elib.spbstu.ru/dl/2/4705.pdf>>.
2. Голод В. М. Теория и компьютерный анализ литейных процессов [Электронный ресурс] / В. М. Голод; Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого. — Электрон. текстовые дан. (1 файл : 7,50 Мб). — Санкт-Петербург, 2018. — Загл. с титул. экрана. — Свободный доступ из сети Интернет (чтение, печать, копирование). — Adobe Acrobat Reader 7.0. — <URL:<http://elib.spbstu.ru/dl/2/s18-89.pdf>>. — <URL:<http://doi.org/10.18720/SPBPU/2/s18-89>>.
3. Колбасников Н. Г. Физическое моделирование термомеханической обработки стали / Н. Г. Колбасников; Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого. — Санкт-Петербург, 2020. — 1 файл (12,7 Мб). — Загл. с титул. экрана. — Электронная версия печатной публикации. — Свободный доступ из сети Интернет (чтение). — <URL:<http://elib.spbstu.ru/dl/2/s20-30.pdf>>. — DOI 10.18720/SPBPU/2/s20-30. — Текст: электронный
4. Металловедение: лабораторный практикум. Ч. 1 / [Н. В. Виноградова, М. А. Жукова, Н. Б. Кириллов [и др.]; под редакцией А. М. Паршина; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет. — Изд. 5-е. — Санкт-Петербург: Изд-во Политехн. ун-та, 2005 (Санкт-Петербург, 2020). — 1 файл (5,97 Мб). — Загл. с титул. экрана. — Цифровая копия печатной публикации 2005 г. — Доступ по паролю из сети Интернет (чтение, печать, копирование). — <URL:<http://elib.spbstu.ru/dl/2/si20-388.pdf>>. — DOI 10.18720/SPBPU/2/si20-388. — Текст: электронный
5. Гуляев А. П. Металловедение. 6-е изд. М.: Металлургия, 1986. 544 с.2. Материаловедение / Б.Н. Арзамасов, И. И. Сидорин, Г. Ф. Косолапов и др. Под ред. Б.Н. Арзамасова. 2-е изд. М.: Машиностроение, 1986. 384 с.

6. Vander Voort, George F. Metallography, principles and practice / George F. Vander Voort, McGraw-Hill New York, 1984
7. Коваленко В. С. Металлографические реактивы / Справочник / 3-е изд., перераб. и доп. - 1981. - 119 с.
8. Walker, Perrin., and William H. Tarn. CRC Handbook of Metal Etchants / Editors, Perrin Walker, William H. Tarn. Boca Raton: CRC Press, 1991. Print.
9. Маркова Л. В., Коледа В. В., Колодинская Н. С. Применение метода дифракции обратно рассеянных электронов в исследованиях микроструктуры при определении причин разрушения металлических конструкций // Приборы и методы измерений. 2018. №3. URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/primenenie-metoda-difraktsii-obratno-rasseyannyh-elektronov-v-issledovaniyah-mikrostrukturny-pri-opredelenii-prichin-razrusheniya> (дата обращения: 08.03.2023).
10. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография (стереология металлических материалов), Учебное пособие. — М.: Металлургия, 1976. — 270 с.

Кур Александр Александрович
Ковалев Павел Валерьевич
Рябошук Сергей Владимирович

ОСНОВЫ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ
МЕТОДЫ И ИНСТРУМЕНТЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ

Учебное пособие

Налоговая льгота – Общероссийский классификатор продукции
ОК 005-93, т. 2; 95 3005 – учебная литература

Подписано в печать 14.04.2023. Формат 60×84/16. Печать цифровая.

Усл. печ. л. 5,25. Тираж 100. Заказ 1841.

Отпечатано с готового оригинал-макета, предоставленного авторами,
в Издательско-полиграфическом центре Политехнического университета.
195251, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29.
Тел.: (812) 552-77-17; 550-40-14.