



ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
УПРАВЛЕНИЕ ЦИФРОВЫХ ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ
Кафедра «Физическое и прикладное материаловедение»

Учебное пособие по дисциплине

«Стереологический анализ»

Авторы
Домбровский Ю. М.

Ростов-на-Дону, 2020

Аннотация

Учебное пособие предназначено для студентов 2-го курса очной и заочной формы обучения направления 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»

Авторы

д.т.н., профессор кафедры «Физическое и прикладное материаловедение»
Домбровский Ю.М.



Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	4
I. СТАТИСТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ МИКРОАНАЛИЗА	5
II. ГЕОМЕТРИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ МИКРОСТРУКТУРЫ ..	9
III. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СТЕРЕОМЕТРИЧЕСКОГО МИКРОАНАЛИЗА	23
IV. ПРАКТИКА СТЕРЕОМЕТРИЧЕСКОГО МИКРОАНАЛИЗА	33
V. СТРУКТУРНЫЙ (ФАЗОВЫЙ) ОБЪЕМНЫЙ СОСТАВ СПЛАВА	45
VI. ПЛОЩАДЬ ГРАНИЧНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА (УДЕЛЬНАЯ ПОВЕРХНОСТЬ).....	50
VII. ПЛОТНОСТЬ ЛИНЕЙНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ СТРУКТУРЫ В ОБЪЕМЕ СПЛАВА	64
VIII. ЧИСЛО МИКРОЧАСТИЦ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ ПО РАЗМЕРАМ	68
IX. ФОРМА МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ В СПЛАВЕ.....	73
РЕКОМЕНДУЕМЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	75

ВВЕДЕНИЕ

С развитием техники условия, при которых эксплуатируются металлические детали и изделия, непрерывно усложняются и становятся все более тяжелыми, к металлам предъявляются все новые требования. В этих условиях металлы должны обладать определенными сложными комплексами свойств — механических, физико-химических, технологических.

Свойства любого сплава определяются его внутренней конструкцией, т. е. структурой или строением точно так же, как свойства любого предмета, будь то швейная игла, станок, телевизор или космический корабль, определяются его конструкцией. Структура, в свою очередь зависит от химического состава сплава, технологии его получения и последующей обработки посредством механических, термических, химических, физических и др., в том числе комбинированных воздействий.

Из вышесказанного следует, что при разработке новых металлических материалов важнейшая роль принадлежит структуре, в частности микроскопической, и, следовательно, методам ее наблюдения и оценки. Существуют три способа оценки микроструктуры: качественно-описательная, полуколичественная (балловая оценка по сравнению со структурами стандартных шкал) и строго количественная оценка геометрическими параметрами микроскопического строения. Первые два способа оценки имеют субъективный характер и результаты оценки разных наблюдателей часто очень расходятся.

На современном этапе развития науки о металлах наиболее рациональной и эффективной является строго количественная, объективная оценка микроструктуры геометрическими параметрами ее действительного пространственного (трехмерного) строения.

К свойствам сплавов, как правило, предъявляются количественные требования, оговоренные в стандартах или технических условиях. Поскольку эти свойства определяются структурой, очевидно, что и к ней должны быть предъявлены соответствующие количественные нормы в отношении тех параметров структуры, которые обеспечивают нужные свойства.

Двухмерная или плоскостная структура, видимая в микроскоп, образуется при пересечении действительной трехмерной или пространственной структуры плоскостью шлифа и вне этой плоскости не существует. Количественная оценка микроструктуры параметрами ее двумерного сечения почти, как правило, приводит к неправильному представлению об ее пространственном строении. При пересечении трехмерной структуры плоскостью шлифа вероятность пересечения крупных и мелких частиц (зерен) различна: чем крупнее зерно, тем вероятнее, что его пересечет плоскость шлифа. Поэтому число крупных зерен на шлифе относительно больше, чем в действительной трехмерной структуре. Плоскость шлифа пересекает пространственные зерна не по центру, а случайно — на большем или меньшем от него расстоянии. В связи с этим средняя величина плоского зерна на шлифе создает ложное представление об истинных размерах пространственных зерен.

Приведенные примеры убедительно показывают, что вторым важнейшим принципом рациональной оценки микроструктуры должен быть выбор геометрических параметров пространственного микроскопического строения в качестве критериев оценки.

Эти два принципа — объективный, строго количественный характер оценки микроструктуры и параметры реальной пространственной микроструктуры в качестве объ-

екта оценки — являются основой стереометрической металлографии, раздела науки о металлах.

Источником информации о параметрах пространственного строения обычно служат параметры двумерной структуры, измеряемые на плоскости шлифа, количественно взаимосвязанные с пространственными параметрами. Установление этих связей - одна из основных задач стереометрической металлографии

Таким образом, стереометрическая металлография, как новый раздел металлографии, представляет собой систему методов микроскопического анализа, позволяющих по количественным измерениям на плоскостной (двухмерной) структуре рассчитать геометрические параметры действительной пространственной микроструктуры металлов и сплавов.

I. СТАТИСТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ МИКРОАНАЛИЗА

1. СТАТИСТИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПАРАМЕТРОВ МИКРОСТРУКТУРЫ

Все методы стереометрической металлографии и стереологии являются статистическими. Рассмотрим вкратце основные положения математической статистики применительно к нашим задачам.

Предположим, что необходимо определить по шлифу некоторый параметр структуры (например, диаметр сечений сферических микрочастиц), истинная средняя величина которого для данного объекта равна a . Фактические значения этого параметра на шлифе изменяются в более или менее широких пределах и поэтому, измерив x элементов структуры, мы получим x разных значений параметра: a_1, a_2, \dots, a_x . Этот набор случайно взятых и измеренных x элементов структуры называют в статистике выборкой, а число x — объемом выборки.

Нужно подчеркнуть, что измеряемые элементы структуры следует брать случайно, без какого-либо предпочтения по отношению к той или другой их категории, без отбрасывания тех значений, которые даже весьма существенно отклоняются от подавляющего большинства измеренных величин.

Основной показатель, характеризующий величину или количество данного параметра структуры, — его средняя арифметическая, которую определяют по формуле

$$\bar{a} = \frac{1}{x} (a_1 + a_2 + \dots + a_x) \quad (1)$$

Но средняя арифметическая не дает полной характеристики анализируемого параметра, поскольку она не оценивает степень его однородности. Поэтому вторым важным показателем, дополняющим среднюю арифметическую и характеризующим однородность измеряемого параметра по величине (или количеству), является его среднее квадратичное отклонение $\sigma(a)$, которое рассчитывают по тем же исходным данным, по которым рассчитывают среднюю арифметическую величину параметра:

$$\sigma(a) = K \sqrt{\frac{a_1^2 + a_2^2 + \dots + a_x^2}{x} - (\bar{a})^2} \quad (2)$$

Поправочный коэффициент K зависит от объема выборки, т. е. от числа выполненных независимых измерений (или подсчетов) x :

$$K = \sqrt{\frac{x}{x-1}} \quad (3)$$

Значения **K** для разных чисел независимых измерений **x** приведены в табл. 1. В тех случаях, когда объем выборки достаточно велик, поправкой можно пренебречь, принимая $K=1$.

Для оценки степени однородности данного параметра структуры пользуются также его дисперсией $D(a)$, равной квадрату среднего квадратичного отклонения:

$$D(a) = [\sigma(a)]^2 \quad (4)$$

Таблица 1 - Коэффициент **K** формулы (2) в зависимости от числа независимых измерений

x	K	x	K	x	K
5	1,118	14	1,038	40	1,013
6	1,195	16	1,033	45	1,011
7	1,080	18	1,029	50	1,010
8	1,069	20	1,026	10	1,005
9	1,061	25	1,021	15	1,003
10	1,054	30	1,017	20	1,002
12	1,045	35	1,014	50	1,001

Для той же цели часто пользуются величиной отношения среднего квадратичного отклонения к средней арифметической, называемой коэффициентом вариации (или изменчивости):

$$\delta = \frac{\sigma(a)}{a} \quad (5)$$

Как среднее арифметическое, так и среднее квадратичное отклонения имеют одну и ту же размерность. Поэтому коэффициент вариации, являясь безмерной величиной, более удобен для оценки однородности данного параметра структуры, чем среднее квадратичное отклонение или дисперсия.

Параметры микроструктуры выражаются либо некоторой величиной (диаметр зерна, площадь сечения зерна и т.п.), либо числом (число зерен в единице объема и т.п.). Наиболее полное представление о каком-либо параметре структуры дает кривая частот или плотности распределения величин или чисел, характеризующих этот параметр. Для получения кривой частот все измеренные величины данного параметра (представляющие выборку) подразделяют на ряд групп или интервалов и подсчитывают число случаев попадания измеренных параметров в каждую из этих размерных групп. Числа эти могут быть выражены в процентах от общего числа измеренных параметров.

Формы распределений многочисленны, но в металлических структурах важнейшее место занимает закон или плотность нормального распределения или распределения Гаусса, которое выражается формулой:

$$\varphi(a) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(a - \bar{a})^2}{2\sigma^2}\right], \quad (6)$$

где a — измеренная величина параметра; \bar{a} — средняя арифметическая величина параметра; σ — среднее квадратичное отклонение параметра, т. е. $\sigma(a)$.

Чтобы проверить соответствие экспериментально полученного распределения закону нормального распределения, следует построить выпрямленную кривую частот, т. е. построить распределение в таких координатах, в которых плотность нормального распределения (6) выражается прямой линией.

2. ТОЧНОСТЬ (ПОГРЕШНОСТЬ) СТАТИСТИЧЕСКОЙ ОЦЕНКИ

При всех количественных оценках параметров структуры весьма важно знать возможную погрешность полученной оценки, или же заранее найти условия микроанализа, обеспечивающие получение результата анализа с определенной, заранее оговоренной погрешностью.

Разница между истинной средней величиной определяемого параметра структуры и найденной из опыта средней арифметической выборки \bar{a} составляет абсолютную статистическую ошибку ε определения (при данном объеме выборки, составляющем x измерений):

$$\varepsilon = |a - \bar{a}| \quad (7)$$

Поскольку истинная средняя величина параметра a нам неизвестна, определить ошибку по формуле (7) невозможно. Но ее можно рассчитать по формуле:

$$\varepsilon = t\sigma(\bar{a}) \quad (8)$$

где $\sigma(\bar{a})$ — среднее квадратичное отклонение средней арифметической выборки (выборочной средней);

t — нормированное отклонение.

Рассмотрим величины, входящие в формулу (8), и способы их определения.

Среднее квадратичное отклонение выборочной средней $\sigma(\bar{a})$ можно определить экспериментально по результатам нескольких повторных выборок, каждая из которых содержит x измерений. На том же шлифе в нескольких полях зрения проводим z выборок, по x измерений в каждой выборке, и определяем для каждой выборки среднюю арифметическую величину измеряемого параметра структуры (выборочную среднюю) по формуле (1). Полученные значения средних арифметических величин $\bar{a}_1, \bar{a}_2, \dots, \bar{a}_x$ будут вообще говоря, несколько отличаться друг от друга и от истинной средней величины определяемого параметра a . Полученные значения выборочных средних подставляем в формулу (2) вместо величин a_1, a_2, \dots, a_x , а вместо x подставляем в формулы (2) и (3) число независимых выборок z .

$$\sigma(\bar{a}) = K \sqrt{\frac{\bar{a}_1^2 + \bar{a}_2^2 + \dots + \bar{a}_z^2}{z} - (\bar{a}_0)^2}, \quad (9)$$

где \bar{a}_0 — средняя арифметическая всех выборочных средних.

Полученная таким путем по формуле (9) величина и является средним квадратичным отклонением выборочной средней, которое входит в формулу (8) для расчета абсолютной статистической ошибки определения.

Выполнение ряда повторных выборок занимает много времени и труда. Поэтому обычно используют то обстоятельство, что величина среднего квадратичного отклонения выборочной средней $\sigma(\bar{a})$ обратно пропорциональна корню квадратному из числа выполненных независимых измерений или подсчетов x . Из этого соотношения следует, что благодаря - увеличению объема выборки x ошибка может быть доведена до сколь угодно малой величины.

Вторая входящая в формулу (8) величина — нормированное отклонение t , — которое связано с доверительной вероятностью P полученного результата анализа (или ошибки) следующей зависимостью:

$$P = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \int_0^t e^{-t^2/2} dt. \quad (10)$$

Интеграл (10) не берется в элементарных функциях, поэтому в табл. 2 приводятся величины вероятности P для разных значений нормированного отклонения t . Из формулы (8) следует, что при известном значении среднего квадратичного отклонения выборочной средней $\sigma(\bar{a})$, зависящей от характера структуры, определяемого параметра и условий анализа (числа независимых измерений), абсолютная ошибка может быть различной в зависимости от той доверительной вероятности P , которую мы устанавливаем, выбирая определенное значение нормированного отклонения t . Если мы приняли t равным единице, вероятность P равна 0,6826 (см. табл. 2).

Таблица 2 – Доверительная вероятность P для различных значений нормированного отклонения t

t	P	t	P	t	P
0,10	0,0796	1,40	0,8384	0,6745	0,50
0,20	0,1586	1,50	0,8664	0,8416	0,60
0,30	0,2358	1,60	0,8904	1,0364	0,70
0,40	0,3108	1,70	0,9108	1,2816	0,80
0,50	0,3830	1,80	0,9282	1,6449	0,90
0,60	0,4514	1,90	0,9426	1,9600	0,95
0,70	0,5160	2,00	0,9544	2,3263	0,98
0,80	0,5762	2,20	0,9722	2,5758	0,99
0,90	0,6318	2,40	0,9832	3,0902	0,998

1,00	0,6826	2,60	0,9906		
1,10	0,7286	2,80	0,9948		
1,20	0,7698	3,00	0,9973		
1,30	0,8064	4,00	0,99994		

При выполнении единичного анализа рассчитывают абсолютную ошибку ε для требуемой доверительной вероятности P и тогда говорят, что этот анализ, выполненный с доверительной вероятностью P , характеризуется погрешностью, равной ε . Обычно принято оценивать ошибку статистического определения для 50%-ной доверительной вероятности ($P=0,50$), которая называется вероятной ошибкой. Если доверительная вероятность приводимой ошибки не указана, имеется в виду вероятная ошибка.

В отдельных случаях требуется более достоверное определение с доверительной вероятностью до 0,90 или даже 0,95

Как сказано выше, среднее квадратичное отклонение выборочной средней $\sigma(\bar{a})$ обратно пропорционально корню квадратному из числа выполненных независимых измерений x . Поэтому можно преобразовать формулу (8), придав ей следующий вид:

$$\varepsilon = At / \sqrt{x} \quad (11)$$

где x —число выполненных независимых измерений;

t — нормированное отклонение;

A — коэффициент пропорциональности.

Коэффициент A зависит от характера структуры, определяемого параметра и методики анализа. В дальнейшем будут приведены значения этого коэффициента для конкретных структур и методов стереометрического микроанализа. Из формулы (11) следует, что при вычислении абсолютной ошибки анализа ε можно обойтись без повторных выборок, имеющих целью определение среднего квадратичного отклонения выборочной средней $\sigma(\bar{a})$ по формуле (9). Уже само число выполненных при анализе независимых измерений или подсчетов x позволяет оценить абсолютную ошибку выполненного анализа.

II. ГЕОМЕТРИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ МИКРОСТРУКТУРЫ

3. ОДНОФАЗНАЯ ПОЛИЭДРИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА

С точки зрения геометрии пространственной микроструктуры любой металлический сплав или композицию можно рассматривать как конгломерат, состоящий из множества микроскопических тел (кристаллитов), заполняющих определенный участок пространства и прочно связанных друг с другом по контактными поверхностями.

В стереометрической металлографии каждая микрочастица рассматривается как геометрическое тело микроскопического масштаба. Как и всякое геометрическое тело, микрочастица обладает вполне определенной формой и геометрическими параметрами - линейными размерами, площадью поверхности, объемом и т. д.

Для количественной оценки самих микрочастиц и структуры в целом, как их со-

вокупности, правильно воспользоваться именно этими геометрическими параметрами. Однако поскольку в объеме анализируемого металла едва ли найдутся хотя бы две микрочастицы, тождественные по форме и размерам, речь может идти только об использовании статистически средних величин этих геометрических параметров или об их суммарном значении, отнесенном к единице объема анализируемой структуры.

Другой категорией структурных элементов любого сплава являются граничные зоны, которые не существуют сами по себе, но образуются в результате взаимного контакта микрочастиц друг с другом. Эти граничные зоны характеризуются сильными нарушениями порядка расположения атомов и относительно большими расстояниями между ними. Граничные зоны обладают повышенной свободной энергией и играют весьма важную роль в процессах превращений и определении свойств сплава.

Выбирая геометрические параметры пространственного микростроения сплава, которыми целесообразно количественно оценивать пространственную структуру, следует исходить из той значимости, которую имеют характеризующие этими параметрами элементы структуры в процессах превращений в сплаве, их связь со свойствами сплава и с различными переменными факторами внешних воздействий на сплав.

Рассмотрим процесс образования простейшей однофазной полиэдрической структуры и ее последующие изменения, обусловленные внешними воздействиями.

В непрерывной полиэдрической структуре в вершинах полиэдров всегда сходятся четыре линии ребер. Эти точки являются общими вершинами четырех телесных углов, которые в среднем равны π стерадиан. Поскольку это действительно для всех точек вершин полиэдрической структуры, средняя величина телесных углов при вершинах полиэдров составляет π стерадиан и для всей полиэдрической структуры.

В точке вершин сходятся шесть граней полиэдров, образуемых каждой парой ребер. Поэтому точка вершины является общей вершиной шести плоских углов граней полиэдров. Величины этих углов могут быть различными, но их среднюю величину не трудно рассчитать: она равна $109,47^\circ$ или $109^\circ 28' 16''$.

Полиэдрическая структура в целом получается при кристаллизации микрочастиц из многих центров кристаллизации случайно, но статистически равномерно распределенных в объеме исходной фазы, если микрочастицы растут до заполнения всего рассматриваемого объема, т. е. до исчезновения жидкой фазы.

Рассмотрим извлеченный из непрерывной полиэдрической микроструктуры изолированный многогранник, соответствующий средней форме полиэдров такой структуры. В каждой его вершине сходятся три ребра и три грани, образующие телесный угол, равный π стерадиан, двугранные углы между гранями равны 120° , а плоские углы при вершинах граней $109,47^\circ$. Такой средний многогранник называют идеальным полиэдром. Приведенные выше показатели и известные геометрические соотношения позволяют рассчитать другие параметры идеального полиэдра: число вершин идеального полиэдра $V = 22,795$, число его ребер $P = 34,192$ и число граней полиэдра $G = 13,397$.

Следовательно, идеальный полиэдр является мнимым, поскольку в любом реальном многограннике числа вершин, ребер и граней должны быть целыми. Из заполняющих пространство многогранников к идеальному полиэдру наиболее близок кубооктаэдр, который обычно и рассматривают как модель идеального зерна или ячейки полиэдрической структуры (рис. 1, а).

Более соответствует идеальному полиэдру тетракайэдрон Р. Вильямса (см. рис. 1, б), получаемый преобразованием кубооктаэдра. Он может заполнять пространство, совпадает с кубооктаэдром по всем показателям, но имеет 2 квадратные, 8 пятиугольные и 4 шестиугольные грани.

Как в процессе кристаллизации, так и после нее — в условиях, обеспечивающих достаточную подвижность атомов, в поликристаллической однофазной структуре самопроизвольно протекают процессы, вызванные стремлением к минимуму свободной энергии. Обусловленные этими процессами изменения структуры сводятся к уменьшению кривизны граничных поверхностей и линий ребер, выравниванию телесных и двугранных углов и др.

В результате описанных процессов исчезают полиэдры с малым числом граней и вершин, обладающие малыми двугранными и телесными углами — тетраэдры, пентаэдры, гексаэдры и т.п., термодинамически неустойчивые в окружении полиэдров с большим числом граней и вершин. Увеличиваются средние числа граней и вершин, приходящиеся на один полиэдр, и среднее число вершин, приходящихся на одну грань, в большей или меньшей степени приближаясь к этим показателям для идеального полиэдра. Уменьшается общий объем пограничных зон—носителей повышенной энергии: площадь граничных поверхностей, длина линий ребер и число вершин полиэдров в единице объема полиэдрической структуры. Совокупность этих изменений обычно называют ростом зерна.

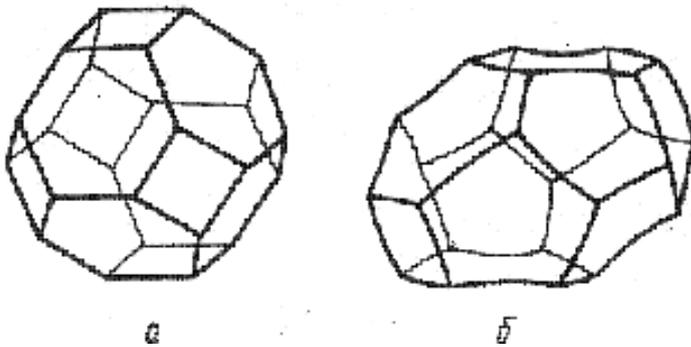


Рис. 1
Кубический октаэдр (а) и тетракайэдрон Р. Вильямса(б)

В условиях идеального равновесия всех элементов полиэдрической структуры грани должны быть плоскими, ребра — прямыми линиями, все двугранные углы должны быть равны 120° , все телесные углы π стерadian и, следовательно, каждый полиэдр должен иметь 22,795 вершины, 34,192 ребра и 13,397 граней, причем каждая грань должна быть 5,104-угольником с углами при вершинах, равными $109,47^\circ$. Поскольку такие многогранники реально не существуют, идеальное равновесие полиэдрической структуры недостижимо. При собирательной рекристаллизации, даже при самых длительных выдержках, может быть достигнуто только относительное равновесие между элементами полиэдрической однофазной структуры.

Показателями достигнутой степени равновесия полиэдрической структуры и ее термодинамической устойчивости служат геометрические параметры, характеризующие форму полиэдров: средние числа вершин, ребер и граней, приходящихся на один полиэдр, средняя кривизна граничных поверхностей. Важным показателем является однородность величин двугранных углов, которая выражается коэффициентом вариации, средним квадратичным отклонением (в градусах, радианах) или дисперсией, величины двугранных углов. Все эти три величины по мере достижения идеального равновесия стремятся к нулю.

Дисперсность полиэдрической структуры можно оценивать различными параметрами. Одним из них является число микрочастиц в единице объема полиэдрической структуры (мм^{-3}). Обратная величина этого числа определяет средний объем одной микрочастицы (мм^3). Наиболее полная характеристика размеров микрочастиц дается

функцией распределения их диаметров по размерам. Универсальным параметром характеризующим дисперсность, служит суммарная поверхность граней полиэдров в единице объема структуры, называемая удельной поверхностью ($\text{мм}^2/\text{мм}^3$)

В переходных межкристаллитных зонах (границах зерен) порядок расположения атомов настолько нарушен, что их можно рассматривать в виде тонких пограничных зон между кристаллическими решетками смежных микрочастиц. Уровень свободной энергии пограничных зон намного выше, чем внутри микрочастиц, эти зоны являются местами сосредоточия вакансий, растворенных и примесных атомов. Предпочтительная диффузия атомов происходит на пограничных зонах, здесь в основном сосредоточена деформация в результате вязкого течения и здесь же происходит зарождение центров кристаллизации при превращениях в твердом состоянии.

Благодаря скоплению примесных атомов в пограничных зонах их химический состав существенно отличается от состава внутри микрочастиц. Это обуславливает более низкую коррозионную стойкость межкристаллитных зон, первоочередное плавление металла в этих зонах и т. п. При сдвиговой деформации граничные поверхности препятствуют движению дислокаций и блокируют скольжение по атомным плоскостям, повышая напряжение, необходимое для продолжения деформации и, следовательно, упрочняя металл. Эти и другие факторы показывают, что границы зерен в металлах имеют первостепенное теоретическое и практическое значение, оказывая влияние на свойства и поведение металла при различных внешних воздействиях на него — механических, термических, химических, физических и др.

Естественной количественной оценкой пограничных зон полиэдрической структуры является их протяженность, отнесенная к единице объема металла: суммарная площадь граничных поверхностей или удельная поверхность ($\text{мм}^2/\text{мм}^3$), суммарная длина или плотность линий ребер ($\text{мм}/\text{мм}^3$) и общее число точек вершин полиэдров в единице объема (мм^{-3}). Хотя по уровню свободной энергии граничные поверхности уступают линиям ребер и тем более точкам вершин полиэдров, они намного превосходят их по величине относительного объема, занимаемого в структуре металла. Поэтому граничные поверхности занимают по значимости первое место среди различных видов пограничных зон однофазной полиэдрической структуры

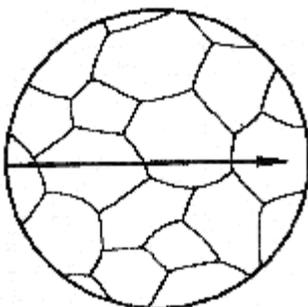


Рис. 2

Пересечение граничных поверхностей однофазной полиэдрической структуры случайной прямой линией

Полиэдрическая структура является квазиизотропным агрегатом, состоящим из анизотропных микрочастиц. Как показано на рис. 2, прямая линия, проведенная в такой структуре, пересекает граничные поверхности в ряде точек. В каждой из таких точек линия встречает новые свойства, так как попадает в среду с осями анизотропии по-другому ориентированными, чем в предыдущей микрочастице. Поэтому, если рассматривать эту линию как направление движения дислокаций, магнитного потока, электрического тока и т. п., можно заметить, что каждая точка встречи линии с граничными поверхностями служит барьером на их пути. Чем больше насыщена однофазная полиэдрическая структура граничными поверхностями (или, как принято говорить, чем она мелкозернистее), тем больше точек

пересечений, т. е. барьеров, приходится на единицу длины линии и, следовательно, тем большее влияние оказывает структура на показатели свойств однофазного металла. Экспериментальные данные показывают, что между величиной удельной поверхности и многими свойствами металлов существуют очень простые и четкие количественные зависимости

Твердость по Бринеллю простых металлов и однофазных сплавов связана прямой зависимостью с величиной удельной поверхности микрочастиц

$$HB = HB_0 + \alpha \Sigma S, \quad (12)$$

где **HB**—твердость по Бринеллю, кгс/мм² **ΣS** —удельная поверхность, мм²/мм³, **α** и **HB₀**—коэффициенты, постоянные для данного металла.

Аналогична зависимость коэрцитивной силы **H_c** магнитно-мягких сталей и магнитной проницаемости **μ** чистого железа, отожженного в вакууме, от величины удельной поверхности. Это объясняется образованием большого числа доменов сложной формы на граничных поверхностях.

4. МНОГОФАЗНЫЕ СТРУКТУРЫ

Принципиальное отличие многофазной структуры от полиэдрической состоит в том, что она построена из микрочастиц не одной, а, по меньшей мере, двух фаз. Часто вторая фаза присутствует не сама по себе, а в составе сложной структурной составляющей - эвтектики или эвтектоида. Поскольку они являются относительно более упорядоченными структурами, начнем с них рассмотрение многофазных структур и их параметров.

Эвтектики и эвтектоиды можно разделить на две группы по признаку наличия или отсутствия ориентации микрочастиц фаз в эвтектическом зерне. В каждую из этих групп войдут несколько подгрупп, различаемых по геометрической форме микрочастиц фаз эвтектики, как схематически показано на рис. 3.

1. Ориентированные эвтектики или эвтектоиды. В каждом эвтектическом зерне микрочастицы хотя бы одной из фаз, составляющих эвтектику, ориентированы взаимно параллельно, однако эта ориентация не повторяется в соседних, смежных зернах эвтектики. Микрочастицы, составляющие эвтектику, могут иметь форму пластинок либо стержней:

а) ориентированная пластинчатая эвтектика построена из взаимно параллельных чередующихся пластин двух фаз. Отношение толщин пластинок этих фаз определяется отношением объемов фаз в эвтектике, которое постоянно для данного сплава. Наиболее известной структурой этой подгруппы является метастабильный эвтектоид железоуглеродистых сплавов—перлит. В перлите чередуются пластинки цементита и феррита, толщины которых относятся примерно как **1:7**;

б) ориентированная стержневая эвтектика состоит из непрерывной фазы (матрицы), в которой внедрены взаимно параллельные стержневидные микрочастицы второй фазы. Примерами эвтектик такого типа могут служить — метастабильная эвтектика железоуглеродистых сплавов—ледебурит, эвтектика сплавов **Cd—Sn** и др.

2. Неориентированные эвтектики или эвтектоиды. Каждое эвтектическое зерно состоит из непрерывной фазы (матрицы), в которой внедрены беспорядочно (случайно) ориентированные микрочастицы второй фазы. Эти микрочастицы могут иметь форму пластинок, стержней или примерно равноосных зерен:

а) неориентированная пластинчатая эвтектика состоит из матрицы с внедренными пластинками второй фазы, которые ориентированы беспорядочно. К этой группе относится эвтектика сплавов **A1 — Si**, которую часто неправильно называют игольчатой;

б) неориентированная стержневая эвтектика аналогична предыдущей, но микрочастицы второй фазы имеют форму тонких стержней, ориентированных беспорядочно. Поскольку вероятность пересечения этих стержней плоскостью шлифа вдоль их оси весьма мала, сечения стержней на шлифе имеют круглую или эллипсовидную форму. Поэтому такие эвтектики часто принимают за зернистые. К этому типу относится, видимо, эвтектика медь—закись меди;

в) зернистая эвтектика состоит из матрицы с внедренными микрочастицами второй фазы, имеющими примерно сферическую форму. Примером такой структуры может служить тройная эвтектика сплавов **Fe—C—P**, называемая стедитом.

Поскольку эвтектика состоит из двух фаз, основным параметром ее структуры является количественный фазовый состав по объему, т. е. объемная доля каждой из фаз, которая может быть выражена также в процентах по объему. Например, в структуре пластинчатого перлита феррит занимает 0,88 и цементит—0,12 объема перлита или соответственно 88 и 12% (по объему).

Если условия охлаждения сплава близки к равновесным, фазовый состав данной эвтектики по объему постоянен, так как обусловлен ее химическим составом. При ускоренном охлаждении фазовый состав эвтектики по объему и ее химический состав могут отклоняться от равновесных условий.

Дисперсность эвтектик и эвтектоидов может изменяться в широких пределах в зависимости от условий охлаждения, что оказывает большое влияние на свойства. Как было показано выше, универсальный показатель дисперсности, применяемый к структурам с любой формой микрочастиц, — удельная поверхность — площадь граничной поверхности раздела фаз, отнесенная к единице объема эвтектики или эвтектоида. В то же время удельная поверхность равна суммарной площади поверхности каждой из фаз эвтектики в единице ее объема.

Свойства, определяемые дисперсностью, связаны четкими и простыми зависимостями с величиной удельной поверхности раздела фаз эвтектики.

Например, твердость по Бринеллю пластинчатого перлита связана прямой линейной зависимостью с величиной удельной поверхности раздела ферритной и цементитной фаз: **$HB = 125 + 0,02\Sigma S_{ц}$** .

Предел текучести углеродистой стали, имеющей структуру зернистого перлита, также линейно связан с величиной удельной поверхности раздела фаз цементит—феррит: **$\sigma_T = 155 + 1,6 + 1,6\Sigma S_{ц}$** МН/м² (в обоих случаях **$\Sigma S_{ц}$** — величина удельной поверхности раздела фаз цементит - феррит, мм²/мм³).

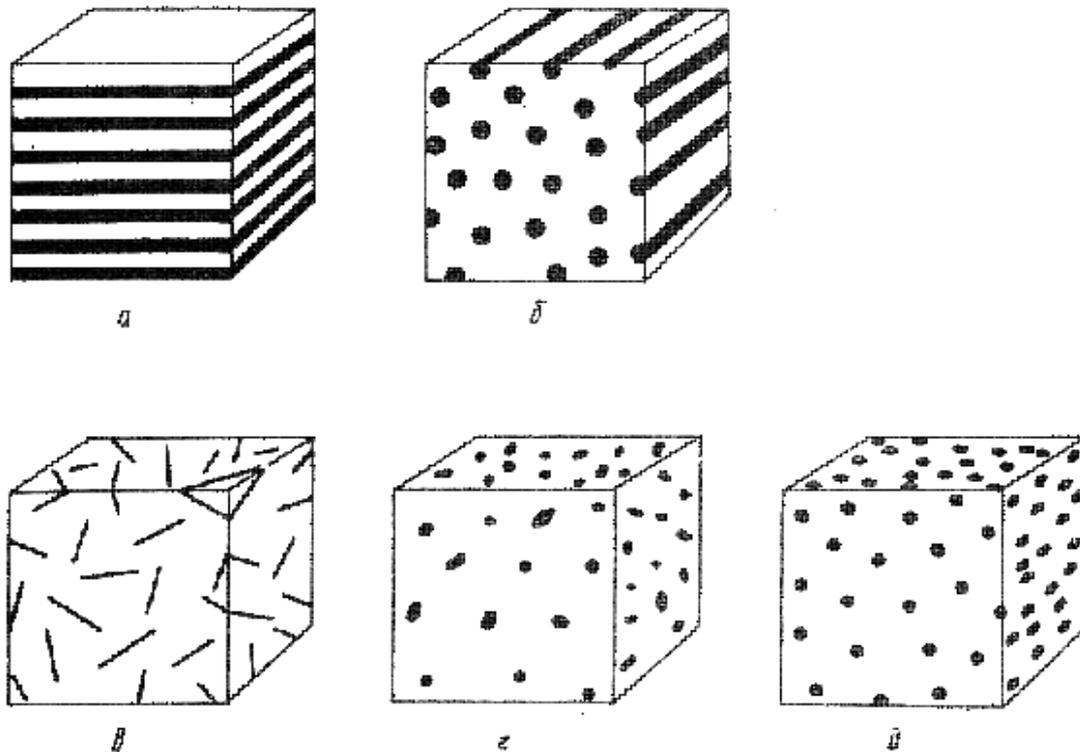


Рис. 3 Классификация эвтектик (эвтектоидов) по геометрии их строения:
а - ориентированные эвтектики с микрочастицами пластинчатой формы; *б* - стержневой;
в - неориентированные эвтектики с микрочастицами пластинчатой формы; *г* - стержневой; *д* - шаровидной

В любой двойной эвтектике или эвтектоиде поверхность раздела фаз одновременно является поверхностью каждой из этих фаз в отдельности. Однако объемные доли фаз в эвтектике различны и, следовательно, различна поверхностная энергия, отнесенная к единице объема каждой из фаз. Поэтому важным параметром структуры является относительная удельная поверхность фазы, под которой понимают суммарную площадь поверхности микрочастиц данной фазы, отнесенную к ее объему. Если удельная поверхность характеризует дисперсность структуры в целом и определяет свойства, зависящие от дисперсности, то относительная удельная поверхность оценивает дисперсность отдельной фазы и ее термодинамическую устойчивость.

Например, две стали, содержащие 1 и 0,5%С и имеющие структуру зернистого цементита, могут иметь одинаково высокую твердость, благодаря большей дисперсности цементита стали, содержащей 0,5%С. Но при этом относительная удельная поверхность цементита этой стали будет больше, чем в стали, содержащей 1%С, термодинамическая устойчивость ниже и, как следствие, твердость стали с меньшим содержанием углерода менее устойчива при отпуске.

Переходя от эвтектик и эвтектоидов к более сложным структурам, в том числе многофазным, можно отметить, что и для них рассмотренные выше параметры сохраняют свое значение.

Пользуясь диаграммой состояния сплавов, при помощи правила отрезков, можно

рассчитать фазовый состав сплава по массе, зная его химический состав. Однако с точки зрения влияния структуры на свойства, намного целесообразнее пользоваться фазовым составом по объему, поскольку свойства сплава непосредственно связаны с объемной долей фазы, но не с ее массой.

В ряде случаев, когда структура сплава содержит эвтектику или эвтектоид, фазовый состав по объему заменяют структурным составом по объему. Например, состав структуры доэвтектоидной стали целесообразнее оценивать объемными долями феррита и перлита, чем долями феррита и цементита.

В многофазных сплавах граничные поверхности имеют еще большее значение, чем в однофазной структуре, благодаря их многообразию и большей протяженности. Даже очень мелкозернистая однофазная структура, оцениваемая баллом 10 по ГОСТ 5639—65, обладает удельной поверхностью полиэдров всего $\sim 200 \text{ мм}^2/\text{мм}^3$, а удельные поверхности фаз эвтектоидов и дисперсных фаз термически обработанных сплавов достигают десятков тысяч $\text{мм}^2/\text{мм}^3$.

В однофазных полиэдрических структурах могут быть граничные поверхности микрочастиц только двух типов: межкристаллитные поверхности и поверхности двойникования (не считая малоугловых границ блоков). Между тем в простой структуре доэвтектоидной стали встречаются четыре типа граничных поверхностей: феррит — феррит, феррит — перлит, перлит — перлит и феррит — цементит (в перлите). Каждая из этих граничных поверхностей отличается своими свойствами от поверхностей других типов, различно и влияние их на свойства, поэтому их удельную величину оценивают отдельно. Обычно измеряют те из них, которые в основном определяют интересующие нас свойства сплава. Например, в сером чугуна решающее влияние на прочность оказывает площадь графитных пластинок в единице объема чугуна.

Величина удельной поверхности является мерой дисперсности структуры и эффективно применяется для оценки кинетики таких процессов как сфероидизация и коалесценция. Коалесценция имеет весьма большое практическое значение, поскольку ее интенсивность определяет такие важные свойства, как теплостойкость и красностойкость режущих инструментальных сталей, жаропрочность сталей, сплавов и композиций, упрочненных дисперсной фазой.

Известно, что растворимость дисперсной фазы в матрице тем выше, чем больше кривизна межфазной поверхности. Поэтому кромки плоских микрочастиц и выступающие участки поверхности частиц, форма которых отлична от сферической, растворяются в матрице с последующей диффузией и выделением на других участках поверхности тех же микрочастиц, обладающих меньшей кривизной. В результате этого процесса, называемого сфероидизацией, кривизна поверхности микрочастиц постепенно выравнивается, и они приобретают форму, близкую к шаровидной.

По той же причине в системе разновеликих микрочастиц дисперсной фазы происходит растворение в матрице малых микрочастиц, обладающих большой кривизной поверхности, диффузия через матрицу и выделение на поверхности крупных микрочастиц, имеющих меньшую кривизну поверхности. Этот процесс, называемый коалесценцией, приводит к уменьшению общего числа микрочастиц дисперсной фазы и укрупнению оставшихся микрочастиц за счет растворившихся мелких. Уменьшение числа микрочастиц в объеме приводит к увеличению среднего расстояния между соседними микрочастицами, что и является главной причиной затухания процесса коалесценции во времени.

Процесс коалесценции возникает вследствие различной кривизны поверхности микрочастиц дисперсной фазы. Если все микрочастицы этой фазы шаровидные и име-

ют одинаковый диаметр, для процесса коалесценции отсутствует побудительная причина.

Как следует из изложенного выше, интерес представляют такие геометрические параметры структуры, как средняя кривизна граничных поверхностей раздела фаз, а также дисперсия кривизны (или среднее квадратичное отклонение, коэффициент вариации кривизны). Важный параметр структуры — число микрочастиц дисперсной фазы в единице объема сплава и связанное с ним среднее расстояние между соседними микрочастицами.

Среднее расстояние между соседними точками, являющимися центрами кристаллизации новой фазы, ответственно за кинетику происходящих при этом диффузионных процессов. Например, продолжительность первичной графитизации цементита белого чугуна (при производстве ковкого чугуна) прямо пропорциональна среднему расстоянию между соседними центрами графитизации в объеме.

При изучении процессов образования структуры (кристаллизации) и ее последующих изменений (перекристаллизация, дисперсионное твердение, коалесценция) большое значение имеет не только общее число микрочастиц в единице объема, но и их гранулометрический состав, который характеризуют средний размер, дисперсию (среднее квадратичное отклонение) линейных размеров микрочастиц (диаметра, поперечника и др.) и наиболее полно плотность распределения размеров микрочастиц.

Установлено, что основной вид распределения линейных размеров микрочастиц металлических структур - логарифмически нормальное распределение, т. е. распределение логарифмов линейных размеров микрочастиц отвечает закону нормального распределения Гаусса.

Микрочастицы могут быть полностью изолированы одна от другой матрицей или, в крайнем случае, все микрочастицы могут контактировать и образовывать непрерывный каркас в объеме сплава. Относительное расположение микрочастиц характеризует их связанность между собой или непрерывность фазы микрочастиц. Связность микрочастиц существенно влияет на ряд важных свойств сплавов. Непрерывность фазы в сплаве в очень большой степени влияет на свойства сплава в целом, а иногда и полностью их определяет, сообщая сплаву те свойства, которые имеет сама связанная фаза. Например, выделившийся в виде непрерывной оболочки по границам зерен стали цементит делает сталь хрупкой, хотя объемная доля цементита в стали может быть очень незначительной.

5. ОРИЕНТИРОВАННЫЕ СТРУКТУРЫ

Как однофазные, так и многофазные структуры делят на изометрические и ориентированные. В изометрической структуре полностью отсутствует какая-либо предпочтительная направленность граничных поверхностей в пространстве, структура изотропна. В ориентированной структуре ее граничные поверхности частично или полностью параллельны некоторой линии или плоскости, называемые осью или плоскостью ориентации, структура анизотропна.

На рис. 4, *а* показана изометрическая структура однофазного металла, в которой нет никакой предпочтительной ориентации граничных поверхностей. На рис. 4, *б* приведена структура поперечного шлифа листовой трансформаторной стали, граничные поверхности которой частично ориентированы параллельно плоскости листа, которая и является плоскостью ориентации. На рис. 4, *в* - волокнистые неметаллические вклю-

чения в стали круглого профиля, поверхности которых почти полностью ориентированы параллельно осевой линии прокатанного прутка, которая и является осью ориентации.

Если отдельные группы граничных поверхностей имеют определенную ориентацию, но она не повторяется в других группах таких же поверхностей, структура изометрична. Например, внутри каждого отдельно взятого зерна пластинчатого перлита граничные поверхности раздела фаз цементит — феррит взаимно параллельны, т. е. полностью ориентированы.

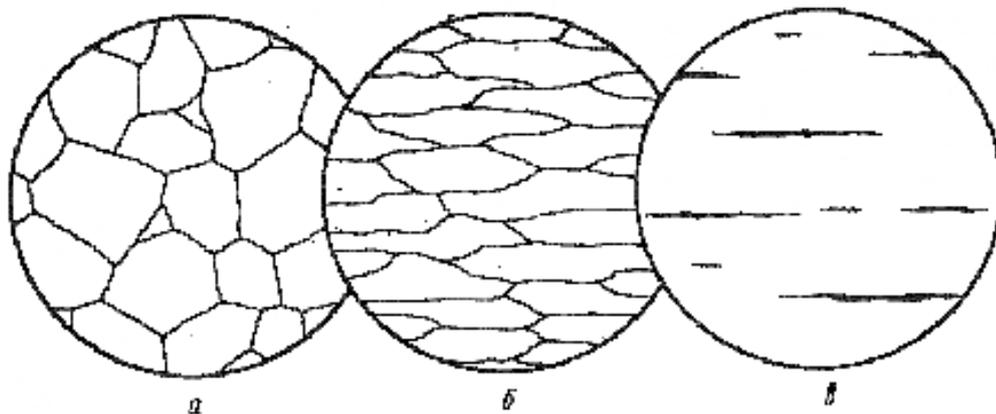


Рис. 4 Различные виды граничных поверхностей: *а* – изометрические граничные поверхности; *б* – частично ориентированные; *в* – почти полностью ориентированные

Но эта ориентация не повторяется в других зернах перлита, так как плоскости ориентации граничных поверхностей зерен перлита ориентированы случайно. Поэтому в целом граничные поверхности в пластинчатом перлите изометричны.

Причиной образования ориентации чаще всего служит пластическая деформация сплава — прокатка, волочение и др. Более редко ориентация бывает следствием транскристаллизации, кристаллизации в магнитном поле и т. п. Наличие ориентации обуславливает анизотропию свойств и оказывает на них существенное влияние. Виды ориентации могут быть весьма многообразны, так как оси и плоскости ориентации не обязательно бывают прямолинейными и плоскими. Например, при кручении осью ориентации служит винтовая линия. На рис. 5 показаны схемы типичных видов ориентации, наиболее часто встречающиеся в реальных структурах.

Изометрическая структура. Граничные поверхности изометрической структуры не имеют никакой преимущественной ориентации в пространстве. Поэтому, как бы ни была направлена плоскость шлифа, сечения микрочастиц однофазной полиэдрической структуры будут равноосными (см. рис. 5,а). В двухфазных структурах микрочастицы не обязательно должны быть равноосными — они могут иметь форму пластинок или игл, беспорядочно ориентированных в пространстве, как, например, в пластинчатых или стержневых неориентированных эвтектиках, в мартенсите и т. п.

Стереологический анализ

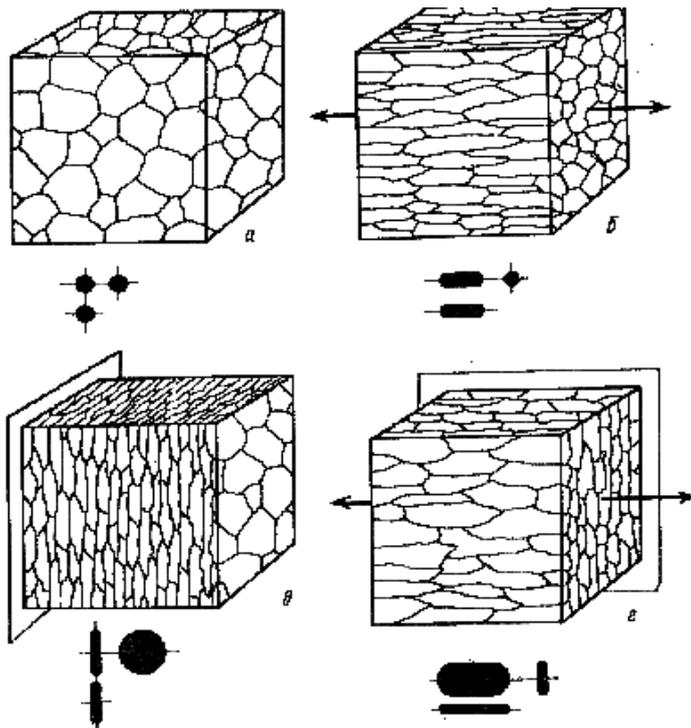


Рис. 5 Классификация граничных поверхностей по видам ориентации и форма микрочастиц: *а* – изометрическая; *б* – линейная; *в* – плоскостная; *г* – плоскостно-линейная ориентация. Показаны оси и плоскости ориентации

Линейно ориентированная структура. При прокатке или волочении прутков примерно круглого профиля (или при равномерном растяжении) первоначально равновесная форма микрочастиц нарушается — они вытягиваются, их поверхности приобретают преимущественную ориентацию параллельно оси прокатки или волочения, которая и служит осью ориентации структуры. Как показано на рис. 5, *б*, для линейно ориентированной структуры типична вытянутая параллельно оси ориентации форма сечений микрочастиц на шлифах, плоскость которых параллельна этой оси. На шлифах, плоскость которых перпендикулярна к оси ориентации, форма сечений микрочастиц равноосна.

Плоскостно-ориентированная структура. При прокатке листового металла (а также при осадке, сжатии) первоначально равноосные микрочастицы сплющиваются и их поверхности приобретают преимущественную ориентацию параллельно плоскости листа (или осадки). Для плоскостно-ориентированной структуры (см. рис. 5, *в*) типична вытянутая параллельно плоскости ориентации форма сечений микрочастиц на шлифах, плоскости которых перпендикулярны к плоскости ориентации (к плоскости листа) и равноосная форма сечений микрочастиц на шлифах, параллельных этой плоскости.

Плоскостно-линейная ориентация. Такая ориентация наблюдается при наличии одновременно и линейной, и плоскостной ориентаций граничных поверхностей. Она возникает при прокатке полосы или ленты, при вальцовке, когда микрочастицы сплющиваются и одновременно вытягиваются в направлении прокатки и в меньшей степени перпендикулярно ей (в направлении по ширине полосы или ленты). Поверхности микрочастиц приобретают преимущественную направленность и параллельно плоскости полосы или ленты, и параллельно осевой линии прокатки. Такая структура (см. рис. 5, *г*) имеет и ось, и плоскость ориентации: шлифы, плоскости которых параллельны или перпендикулярны к оси и к плоскости ориентации сечения микрочастиц, имеют вытянутую форму, но степень вытянутости их различна.

Пространственная форма микрочастиц при разных видах ориентации существенно различна (см. рис. 5). Видно, что для правильного суждения о форме пространственных микрочастиц и виде ориентации единственный шлиф может оказаться недостаточ-

ным — потребуются два шлифа, плоскости которых должны быть определенным образом ориентированы относительно оси и плоскости ориентации.

Для количественной оценки разных видов ориентации используется понятие степени ориентации - линейной, плоскостной или плоскостно-линейной. Под степенью ориентации понимают отношение площади граничных поверхностей, ориентированных определенным образом, к площади всех граничных поверхностей, выраженное в процентах. Для изометрической структуры степень ориентации граничных поверхностей равна нулю, для полностью ориентированной структуры (как на рис. 5, в) она близка к 100%.

Необходимо отметить, что не всегда наличие ориентации структурных элементов сопровождается ориентацией граничных поверхностей. Равноосные микрочастицы изометричны сами по себе, поэтому, как бы они ни были расположены в объеме сплава (например, в виде параллельных цепочек), их граничные поверхности изометричны. Между тем существуют сплавы, в которых наличие ориентации равноосных микрочастиц весьма существенно сказывается на свойствах (карбидная неоднородность быстрорежущих и высокохромистых сталей, хрупкие неметаллические включения в стальном прокате и т. п.). В этих случаях количественная оценка степени ориентации выполняется путем изучения однородности структуры в двух направлениях — параллельном и перпендикулярном к оси ориентации.

Пространственную ориентацию могут иметь не только граничные поверхности, но и линейные элементы структуры. В однофазной полиэдрической структуре, например, имеющие ориентацию граничные поверхности образуют, пересекаясь, ориентированные линии ребер микрочастиц (см. рис. 5, б). Линейные элементы структуры, как и граничные поверхности, могут иметь различные виды ориентации. При линейной ориентации линейные элементы расположены преимущественно параллельно некоторой линии, которая называется осью ориентации. При плоскостной ориентации линейных элементов структуры они расположены преимущественно параллельно некоторой плоскости, называемой плоскостью ориентации. Количественная оценка ориентации линейных элементов аналогична оценке ориентации граничных поверхностей и ее показателями служат степени ориентации — линейной или плоскостной.

6. ГЕОМЕТРИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ТРЕХМЕРНОЙ, ДВУХМЕРНОЙ И ОДНОМЕРНОЙ СТРУКТУР

Рассматривая микрочастицы трехмерной (пространственной) микроструктуры как геометрические тела микроскопического масштаба (рис. 6), мы обозначаем их различные параметры теми же буквами латинского и греческого алфавитов, которыми принято обозначать соответствующие параметры геометрических тел. Объем отдельной микрочастицы обозначаем V , площадь ее поверхности S , линейные размеры L , D (диаметр) или H (высота), кривизна поверхности K , двугранный угол между гранями Φ , число микрочастиц в единице объема сплава N и т. п.

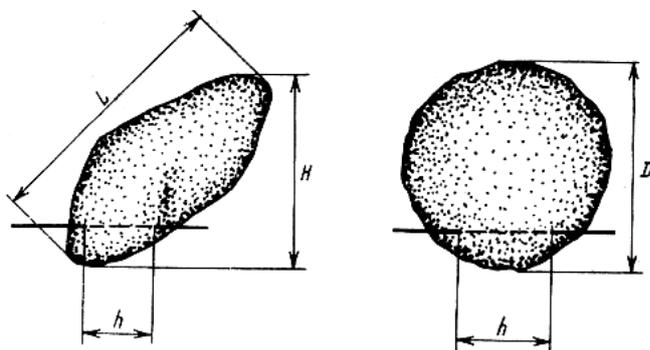


Рис. 6 Линейные параметры трехмерных микрочастиц: L – линейный размер; H - высота; D – диаметр; h – хорда

Для обозначения суммарных величин, отнесенных к единице объема сплава, пользуемся знаком суммы Σ , поставленным перед знаком соответствующего параметра. Например, ΣV обозначает суммарный объем микрочастиц в единице объема сплава $\text{мм}^3/\text{мм}^3$. Фазу или структурную составляющую, к которой относится данный параметр, обозначаем индексом. Например, ΣS_α и обозначает суммарную поверхность микрочастиц фазы α в единице объема сплава, D_α — средний диаметр шаровидных микрочастиц фазы α .

Исходными данными для количественного определения параметров пространственного строения служат параметры перечисленных выше и других элементов двумерной структуры, которые измеряют или подсчитывают на плоскости шлифа.

На рис. 7 схематически показаны основные геометрические параметры, определяемые на плоскости шлифа. Для них приняты следующие обозначения: площадь сечения микрочастиц F , периметр этого сечения P , линейный размер ℓ или d (диаметр), кривизна граничной линии k , плоский угол (сечение двугранного угла плоскостью шлифа) φ , число сечений микрочастиц на единице площади шлифа n , число точечных элементов на единице площади шлифа (например, ямок травления, представляющих точки выхода дислокационных линий) M и т.п. Суммарные значения, отнесенные к единице площади шлифа, — знаком суммы Σ перед знаком соответствующего параметра двумерной структуры. Например, ΣP_α обозначает суммарный периметр сечений микрочастиц фазы α на единице площади шлифа.

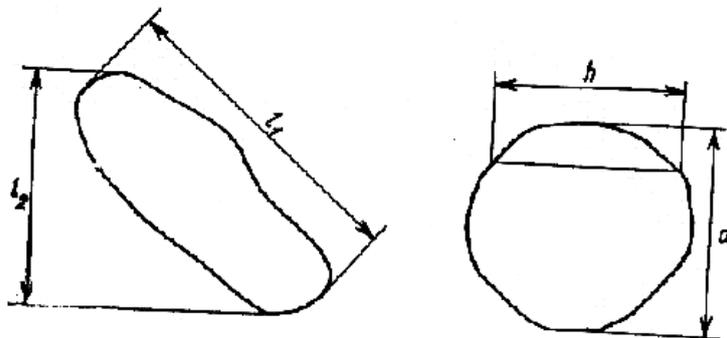


Рис. 7 Линейные параметры сечений микрочастиц: ℓ_1 , ℓ_2 — линейные размеры; d — диаметр; h — хорда

Если провести на плоскости шлифа случайную прямую линию — секущую, ее можно одновременно рассматривать и как линию, проведенную в пространственной структуре. Параметры, измеряемые или подсчитываемые вдоль этой линии, характеризуют одномерную (линейную) структуру сплава. Эти параметры широко используют для расчета параметров пространственной структуры. Секущая прямая, пересекая микрочастицы одной или нескольких фаз, разделена на хорды, проходящие по этим фазам. Параметрами одномерной структуры являются: длина хорды h и число точек пересечений секущей с граничными линиями (поверхностями), получающееся на единице длины секущей — m . Среднюю длину хорд, проходящих по фазе α , обозначаем \bar{h}_α , а суммарную длину таких хорд, отнесенную к единице длины секущей линии Σh_α .

Параметры проекционного изображения будем обозначать теми же буквами, которые приняты для пространственных элементов структуры, но со штрихом. Например, L' дисл обозначает длину проекции линии дислокации на проекционном изображении.

Таблица 3 -Системы обозначений геометрических параметров микроструктуры

Параметр	Обозначение, принятое		Размерность
	в стереометрической металлографии	по МОС	
Объем отдельной микрочастицы	V	V	мм ³
Поверхность отдельной микрочастицы	S	S	мм ²
Диаметр сферической микрочастицы	D	—	мм
Высота микрочастицы	H	—	мм
Длина линейного элемента структуры	L	L	мм
Кривизна граничной поверхности	K	—	мм ⁻¹
Двугранный угол между гранями	Ф	-	Град
Число микрочастиц в единице объема	N	N _v	мм ⁻³
Суммарный объем микрочастиц в единице объема сплава	ΣV	V _y	мм ³ /мм ³
Суммарная поверхность микрочастиц в единице объема сплава	ΣS	S _v	мм ² / мм ³
Суммарная длина линейных элементов в единице объема сплава	ΣL	L _v	мм/мм ³
Площадь отдельного сечения микрочастицы	F	A	мм ²
Периметр отдельного сечения микрочастицы	P	—	мм
Диаметр сечения сферической микрочастицы	D	—	мм
Длина линейного элемента на шлифе	l	L	мм
Длина случайной хорды	H	—	мм
Кривизна граничной линии на шлифе			мм ⁻¹
Плоский угол, являющийся сечением двугранного угла	Ф	----	град.
Число сечений микрочастиц на единице площади шлифа	n	N _A	мм ⁻²
Число точечных элементов на единице площади шлифа	M	P _A	мм ⁻²
Число точек пересечений на единице длины секущей линии	m	P _L	мм ⁻¹
Суммарная площадь сечений микрочастиц на единице площади	ΣF	A _A	мм ² /мм ²
Суммарная длина граничных линий на единице площади шлифа	ΣP	L _A	мм/мм ²

В настоящее время не существует общепринятой или стандартизированной системы обозначений геометрических параметров пространственной, плоскостной и линейной микроструктур. Наиболее распространенные: 1) система обозначений, принятая в стереометрической металлографии и 2) система обозначений, рекомендованная Международным обществом стереологии (МОС). Обе системы обозначений приведены в табл. 3, в которой даны также размерности каждого параметра. В дальнейшем будем пользо-

ваться первой из этих систем, принятой в практике стереометрической металлографии.

III. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СТЕРЕОМЕТРИЧЕСКОГО МИКРОАНАЛИЗА

7. СООТНОШЕНИЯ МЕЖДУ ПАРАМЕТРАМИ ТРЕХМЕРНЫХ, ДВУМЕРНЫХ И ОДНОМЕРНЫХ СТРУКТУР

Поскольку металлические сплавы непрозрачны, можно проникнуть внутрь их пространственной структуры, пересекая ее плоскостью или линией. Это позволяет наблюдать двумерную структуру на плоскости шлифа и одномерную структуру на секущей линии (проведенной на том же шлифе). Геометрические параметры двумерной и одномерной структур могут быть измерены или подсчитаны на шлифе с необходимой точностью. Эти параметры определяются параметрами трехмерной структуры и между ними должны существовать количественные соотношения. Для того чтобы рассчитать действительные параметры трехмерной структуры по измеренным параметрам двумерной и одномерной структур, следует найти математически строгие зависимости между параметрами трехмерной, двумерной и одномерной структур.

Элементы пространственной структуры могут быть трехмерными (микрочастицы), двумерными (граничные поверхности), одномерными (ребра полиэдров, дислокации) и точечными (вершины полиэдров). В табл. 4 приведены соотношения размерностей элементов пространственной структуры и их следов на секущей плоскости и на секущей линии.

В табл. 5 приведены размерности суммарных параметров пространственной структуры, отнесенные к единице ее объема, и их следов, отнесенных соответственно к единице площади шлифа или к единице длины секущей линии.

В тех случаях, когда параметры трехмерной, двумерной и одномерной структур имеют одинаковую размерность, между ними существуют простые соотношения.

Таблица 4 - Соотношение размерностей элементов пространственной структуры и их следов на секущей плоскости и линии

Элемент трехмерной структуры и его размерность	Следы элементов трехмерной структуры и их размерность	
	на секущей плоскости	на секущей линии
Тело, мм ³	Площадь сечения, мм ²	Хорда, мм
Поверхность, мм ²	Линия, мм	Точка
Линия, мм	Точка	-----
Точка	-----	-----

Таблица 5 - Размерности параметров трёхмерной структуры, отнесённых к единице объёма и их следов на секущей плоскости и линии

Элементы трехмерной структуры, отнесенные к единице объема, и их размерности	Размерность следов этих элементов на
--	--------------------------------------

	секущей ПЛОСКОСТИ	секущей линии
Доля фазы, мм ³ /мм ³	мм ² /мм ²	мм/мм
Удельная поверхность, мм ² /мм ³	мм/мм ²	мм ⁻¹
Плотность линий, мм/мм ³	мм ⁻²	-

В случае изометрической структуры измерения или подсчет 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 подсчет на многих шлифах, плоскости которых равномерно ориентированы во многих направлениях пространственной структуры.

В настоящее время известны семь основных математически строгих стереометрических соотношений, связывающих параметры трехмерной, двумерной и одномерной структур. На этих соотношениях основывается большинство методов стереометрической металлографии и стереологии. Все эти соотношения являются статистическими — они связывают средние значения параметров или их суммарные величины, отнесенные к единице объема сплава, к единице площади шлифа или к единице длины секущей линии.

8. ОБЪЕМНАЯ ДОЛЯ ФАЗЫ ИЛИ СТРУКТУРНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ В СПЛАВЕ

Рассмотрим пространственную микроструктуру двухфазового сплава. Структура состоит из микрочастиц фазы α внутри матричной фазы β . Долю фазы α в сплаве или суммарный объем всех микрочастиц этой фазы в единице объема микроструктуры обозначим ΣV_{α} мм³/мм³. Долю площади, занятую фазой α , т. е. суммарную площадь всех сечений микрочастиц этой фазы на единице площади двумерной структуры (на 1 мм² площади шлифа) обозначим ΣF_{α} мм²/мм²; суммарную длину отрезков, проходящих по фазе α , на единице длины случайной секущей — Σh_{α} мм/мм, а долю числа случайных точек, попадающих на фазу α , как отношение — z_{α} / z .

Как показали М.Делес, А.Розиваль и А.А.Глаголев между этими параметрами существует **первое основное стереометрическое соотношение**, согласно которому доля фазы в объеме сплава, на площади шлифа, на секущей линии и доля случайных точек, попавших на фазу, равны друг другу:

$$\Sigma V_{\alpha} = \Sigma F_{\alpha} = \Sigma h_{\alpha} = z_{\alpha} / z \quad (13)$$

Соотношение (13) выведено математически строго. Оно показывает, что измерение относительного объема фазы (или структурной составляющей) в сплаве можно заменить измерением и суммированием площадей на единице площади шлифа, длин отрезков на единице длины секущей линии или подсчетом числа случайных точек на шлифе. Определение объемной доли фаз сплава можно выполнять по одному из этих трех вариантов, независимо от общего числа фаз или структурных составляющих сплава.

9. УДЕЛЬНАЯ ПОВЕРХНОСТЬ ГРАНИЦ ЗЕРЕН ИЛИ ФАЗ В СПЛАВЕ

Пусть в объеме содержится часть пространственной системы поверхностей (частиц, фаз), которые могут быть плоскими или изогнутыми, непрерывными или прерывистыми, замкнутыми или открытыми, изолированными или связанными одна с другой, ориентированными в пространстве или расположенными беспорядочно. На плоскости шлифа эти поверхности образуют следы в виде системы линий, а случайная секущая прямая пересечет их в ряде точек.

Математически строгое соотношение между суммарной площадью поверхностей в единице объема ΣS , мм²/мм³, суммарной длиной линий их следов на единице площади шлифа ΣP , мм/мм², и числом точек следов на единице длины случайной секущей прямой m , мм⁻¹, как было доказано С.А. Салтыковым представляет собой **второе основное стереометрическое соотношение**;

$$\Sigma S = \frac{4}{\pi} \Sigma P = 2m \text{ мм}^{-1} \quad (14)$$

Найденное соотношение показывает, что суммарная площадь поверхностей в единице объема, суммарная длина линий их следов на единице площади шлифа и суммарное число точек следов на единице длины секущей линии пропорциональны, с соответствующими постоянными коэффициентами пропорциональности. Это позволяет заменить измерение граничных поверхностей в пространстве измерением длины их следов на единице площади или, еще проще, — подсчитать точки следов пересечений на единице длины случайной секущей линии.

В структуре могут существовать одновременно несколько видов граничных поверхностей. Например, в структуре, состоящей из фаз α и β , могут быть граничные поверхности трех видов: α - α , α - β , β - β . Они могут быть измерены отдельно путем подсчета на случайных секущих линиях точек пересечений с граничными поверхностями каждого из этих трех видов в отдельности.

10. СУММАРНАЯ ДЛИНА (ПЛОТНОСТЬ) ЛИНЕЙНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В СПЛАВЕ

Системой линейных элементов пространственной структуры в единице ее объема могут быть дислокации, система ребер полиэдров однофазной структуры, иглообразные микрочастицы и т. п.

Суммарную длину линейных элементов пространственной структуры в единице ее объема или плотность линейных элементов в объеме сплава обозначаем ΣL , мм/мм³. В двумерной структуре (на плоскости шлифа) следами линий являются точки их выхода на поверхность шлифа. Например, точками выхода дислокаций являются ямки травления, точками выхода ребер полиэдров — тройные точки, в которых пересекаются три линии границ смежных зерен. Среднее число таких точек на единице площади шлифа обозначим M , мм⁻². Отметим, что ΣL и M имеют одинаковую размерность мм⁻². Эти две величины однозначно связаны друг с другом.

Математически строгим **третьим основным стереометрическим соотношением**, (С. А. Салтыков), связывающим суммарную длину линий в единице объема и среднее число следов этих линий (точек) на единице площади случайной секущей плоскости, является выражение (15):

$$\Sigma L = 2M, \text{ мм/мм}^3 \quad (15)$$

Это соотношение позволяет определять суммарную длину линий в единице объема или плотность линейных элементов в объеме путем простого подсчета числа точек

следов этих линий на единице площади шлифа.

11. ЧИСЛО МИКРОЧАСТИЦ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА

Число микрочастиц в единице объема имеет размерность мм^{-3} . Ни один из параметров, измеряемых или подсчитываемых по двумерной или одномерной структуре, не имеет такой размерности. Поэтому число микрочастиц в объеме можно связать только с произведением (или отношением) двух или более параметров, которое имеет размерность мм^{-3} . Здесь возможны различные варианты.

ЧИСЛО ВЫПУКЛЫХ МИКРОЧАСТИЦ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА

Начнем с рассмотрения простейшей системы из одинаковых шаровидных частиц диаметра D , число которых в единице объема равно N . Плоскость шлифа пересечет только те частицы, центры которых находятся по обе стороны этой плоскости на расстоянии, меньшем, чем $0,5D$. В зависимости от этого расстояния диаметры сечений микрочастиц d получаются в пределах от нуля до D . Среднее число сечений на единице площади n , мм^{-2} .

Поскольку центры всех n -микрочастиц, пересеченных плоскостью шлифа (площадь его равна 1 мм^2), находятся внутри параллелепипеда, основание которого равно 1 мм^2 высота D и, следовательно, объем D , мм^3 число микрочастиц в единице объема равно:

$$N = \frac{n}{D} \text{ мм}^{-3} . \quad (16)$$

Это соотношение (И. Л. Миркин) позволяет определить число равновеликих шаровидных микрочастиц в единице объема, так как число сечений микрочастиц n легко подсчитать по шлифу, а величину D определяют как диаметр наибольшего, наблюдаемого на шлифе сечения микрочастицы, предполагая, что такая микрочастица пересечена плоскостью шлифа через ее центр. Однако в реальных структурах диаметр шаровидных микрочастиц обычно не постоянен. Поэтому

$$N = \frac{n}{D} \text{ мм}^{-3} . \quad (17)$$

Полученное уравнение (С. А. Салтыков) выведено для условий, существующих в реальных системах шаровидных микрочастиц. Однако непосредственно применить его для определения числа микрочастиц в объеме нельзя, поскольку величина D не может быть найдена путем измерений на шлифе. Соотношение (17), тем не менее, широко используют в методах последовательного расчета распределения диаметров шаровидных микрочастиц.

Уходя от системы шаровидных микрочастиц, перейдем к более общему случаю неравновеликих микрочастиц, имеющих форму любого выпуклого геометрического тела, принимая, что форма всех микрочастиц одинаковая и они различаются только размерами и ориентацией в пространстве. Введем понятие средней высоты тела, которую обозначим \bar{H} .

Для рассматриваемой системы выпуклых микрочастиц действительно равенство (17), в котором средний диаметр шаровидных микрочастиц D заменяется средней высотой выпуклых микрочастиц данной геометрической формы:

$$N = \frac{n}{\bar{H}} \text{ мм}^{-3} \quad (18)$$

Полученная зависимость (С. А. Салтыков) является математически точным **четвертым основным стереометрическим соотношением**, которое действительно для систем неравновеликих выпуклых микрочастиц любой геометрической формы (но одинаковой для всех микрочастиц системы). Как мы увидим в дальнейшем, соотношение (18) необходимо при расчете распределения размеров микрочастиц в единице объема, хотя непосредственно, пользуясь только формулой (18), число микрочастиц вычислить нельзя, так как неизвестна величина \bar{H} .

Приводим формулы для расчета средней высоты некоторых геометрических тел, форму которых могут иметь микрочастицы реальных металлических структур:

- тонкий стержень длиной ℓ : $\bar{H} = 0,5\ell; \bar{H} = 0,5\ell;$
- прямой цилиндр длиной ℓ и радиусом r : $\bar{H} = 0,5(\ell + \pi r),$
- тонкий диск радиусом r : $\bar{H} = (\pi/2)r = 1,5708 r,$
- куб с ребром длиной a : $\bar{H} = 1,5 a;$
- параллелепипед с ребрами длиной a, b, c : $\bar{H} = 0,5(a + b + c),$
- октаэдр с ребром длиной a : $\bar{H} = a(6/\pi) \arccos(2/3)^{0,5} = 1,175480a$
- кубookтаэдр с ребром длиной a : $\bar{H} = 3a,$
- сфера диаметром D : $\bar{H} = D,$
- сжатый сфероид, получаемый вращением эллипса с полуосями $a \geq b$, вокруг меньшей оси: $\bar{H} = b + (a/\varepsilon) \arcsin \varepsilon,$
где $\varepsilon = [1 - (b/a)^2]^{0,5}$
- вытянутый сфероид, получаемый вращением эллипса с полуосями $a \geq b$, вокруг большей оси: $\bar{H} = a + b(1/\varepsilon) \arcsin \varepsilon,$
где $\varepsilon = [(a/b)^2 - 1]^{0,5}.$

ЧИСЛО ШАРОВИДНЫХ МИКРОЧАСТИЦ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА

Рассмотрим систему равновеликих шаровидных микрочастиц с диаметром D , число которых в единице равно N , а среднее число сечений d_x на единице площади шлифа n .

Для этого случая получим:

$$N = \frac{2}{\pi} \left(\frac{1}{d} \right) \cdot n, \text{ мм}^{-3} \quad (19)$$

Эта формула действительна не только для системы равновеликих, но и для неравновеликих шаровидных микрочастиц.

Уравнение (19) является математически точным **пятым основным стереометрическим соотношением** (С. А. Салтыков). В отличие от соотношения (18) его можно непосредственно использовать для определения числа шаровидных микрочастиц в объеме сплава, так как оба параметра правой части выражения (19) можно определить по шлифу путем измерений и подсчетов.

Число микрочастиц в единице объема сплава определяет величину среднего расстояния между центрами соседних микрочастиц, которое может быть рассчитано по формуле

$$\lambda = \sqrt[3]{N} \text{ мм},$$

где λ — среднее расстояние между центрами соседних микрочастиц, мм.

12. СРЕДНЯЯ КРИВИЗНА ГРАНИЧНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

На плоскости кривизна окружности k постоянна по всему периметру и определяется как обратная величина радиуса окружности: $k=1/r$ мм⁻¹. Средняя кривизна кривой или средняя кривизна граничных линий оценивается величиной \bar{k} , усредненной по всей длине кривой или линий границ на шлифе.

В пространстве кривизна сферической поверхности постоянна в любой точке и равна обратной величине радиуса сферы: $K=1/R$ мм⁻¹. Кривизна произвольной поверхности или систем граничных поверхностей непостоянна. Для ее оценки в заданной точке нужно восстановить нормаль к поверхности, провести через нее плоскость и, вращая эту плоскость вокруг нормали как вокруг оси, отметить на плоскости те два следа пересечения ее поверхностью, которые имеют в заданной точке наименьший (R_{\min}) и наибольший (R_{\max}) радиусы кривизны.

Локальную кривизну поверхности в заданной точке определим выражением: $K=0,5(1/R_{\min}+1/R_{\max})$ мм⁻¹.

Средняя кривизна отдельной поверхности, так же, как и средняя кривизна системы граничных поверхностей \bar{K} , оценивается ее величиной, усредненной по всей площади поверхности.

Отметим, что кривизна линии и кривизна поверхности имеют одинаковую размерность мм⁻¹ и найдем соотношение между средней кривизной граничных поверхностей \bar{K} и средней кривизной их следов в двумерной структуре \bar{k} , которое, как было показано Р. Дегоффом и Дж. Каном имеет вид:

$$\bar{K} = \frac{\pi}{4} \bar{k} \text{ мм}^{-1} \quad (20)$$

Это соотношение действительно не только для поверхностей сферических микрочастиц, но и для произвольных поверхностей и их следов, в том числе для граничных поверхностей пространственной структуры и их следов на плоскости шлифа. Оно является математически строгим **шестым основным стереометрическим соотношением**.

Второй параметр—дисперсия кривизны $D(K)$ — характеризует кривизну граничных поверхностей. Этот параметр оценивает степень однородности кривизны граничных поверхностей. Если дисперсия кривизны равна нулю, т. е. все микрочастицы имеют один и тот же радиус кривизны во всех точках поверхности (система состоит из равновеликих шаровидных микрочастиц), условий для начала процесса коалесценции нет. Чем больше дисперсия кривизны, тем интенсивнее должен протекать процесс коалесценции при прочих равных условиях.

Дисперсия кривизны представляет собой разницу между средней величиной квадратов кривизны и квадратом средней кривизны: $D(K) = \bar{K}^2 - (\bar{K})^2$.

С учетом формулы (20) дисперсия кривизны систем шаровидных микрочастиц определим равенством

$$D(k) = \frac{4\pi N}{\sum S} - \pi^2 \left(\frac{n}{m}\right)^2 \text{ мм}^{-2} \quad (21)$$

Поскольку $\sum S = 2m$, для расчета дисперсии кривизны необходимо экспериментально определить n , t и число шаровидных микрочастиц в единице объема N .

13. СРЕДНЯЯ ВЕЛИЧИНА И ДИСПЕРСИЯ ДВУГРАННЫХ УГЛОВ

В основном двугранные углы между гранями микрочастиц — элемент однофазной полиэдрической структуры и, гораздо реже, таких микрочастиц многофазных структур, которые имеют резко выраженные грани (например, кубические микрочастицы некоторых баббитов).

Как было показано ранее средняя величина двугранных углов полиэдрической однофазной структуры всегда равна 120° , поэтому она не может служить показателем равновесия структуры. Таким показателем является дисперсия двугранных углов полиэдров, нулевое значение которой отвечает идеальному равновесию. Поэтому нужно уметь определять по шлифу не только среднюю величину двугранных углов, но и их дисперсию.

При пересечении двугранного угла Φ плоскостью могут быть получены плоские углы φ величиной от нуля до π , независимо от величины двугранного угла. Однако средняя величина плоских углов, получаемых при многократных пересечениях плоскостью данного двугранного угла, однозначно обусловлена его величиной:

$$\bar{\varphi} = \Phi \quad (22)$$

Рассмотрим далее множество случайно ориентированных в пространстве двугранных углов, распределение величин которых выражается некоторой функцией $f(\Phi)$.

Как показал А.В. Дувалян, имеет место следующее соотношение между средними величинами двугранных углов в пространстве $\bar{\Phi}$ и их сечений случайной плоскостью $\bar{\varphi}$:

$$\bar{\varphi} = \bar{\Phi} \quad (23)$$

Последнее уравнение (23) является математически точным **седьмым основным стереометрическим соотношением**. Оно показывает, что средняя величина плоских углов, получаемых при пересечении плоскостью случайно ориентированных в пространстве двугранных углов, равна средней величине этих двугранных углов.

Можно получить также зависимость между дисперсией двугранных углов $D(\Phi)$ и дисперсией плоских углов $D(\varphi)$ являющихся их случайными сечениями:

$$D(\Phi) = 1,11 \left[D(\varphi) - D(\varphi/\bar{\varphi}) \right], \quad (24)$$

где $D(\Phi)$ — дисперсия двугранных углов;

$D(\varphi)$ — дисперсия плоских углов;

$D(\varphi/\bar{\varphi})$ — дисперсия плоских углов, являющихся случайными сечениями двугранного угла Φ , равного средней величине плоского угла $\bar{\varphi}$.

Последнюю величину находят по табл. 6, учитывая, что $\bar{\varphi} = \bar{\Phi}$ (см. уравнение (24)).

Если двугранные углы равны в среднем 120° , как, например, в однофазной полиэдрической структуре, равенство (24) преобразуется в следующее:

$$D(\Phi) = 1,11[D(\varphi) - 486] \quad (25)$$

Следовательно, для определения дисперсии двугранных углов достаточно измерить по шлифу среднюю величину и дисперсию плоских углов, являющихся случайными сечениями двугранных углов.

Таблица 6 - Дисперсия и среднее квадратичное отклонение плоских углов, являющихся случайными сечениями двугранного угла Φ

Двугранный угол Φ град.	Дисперсия плоских углов $D(\varphi/\Phi)$		Среднее квадратичное отклонение $\sigma(\varphi/\Phi)$, град.
	радиан ²	град ²	
0	0	0	0
15	0,019	62	7,9
30	0,060	197	14,0
45	0,107	351	18,7
60	0,148	486	22,0
75	0,175	574	24,0
90	0,185	607	24,6
105	0,175	574	24,0
120	0,148	486	22,0
135	0,107	351	18,7
150	0,060	197	14,0
165	0,019	62	7,9
180	0	0	0

14. СООТНОШЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПРИ АНАЛИЗЕ ПО СРЕЗУ (ФОЛЬГЕ)

При выводе всех основных соотношений между параметрами трехмерной, двумерной и одномерной структур принималось, что пространственную структуру пересекает геометрическая плоскость или линия. Поэтому полученные выше уравнения действительны при анализе по шлифу в отраженном свете.

При просвечивании электронным лучом фольги или тонкого среза, имеющих конечную толщину t , получаем проекционное изображение пространственной структуры («на просвет»), к которому нельзя непосредственно применить выведенные выше основные стереометрические выражения. При определении параметров пространственной структуры по ее проекционному изображению возникают весьма значительные трудности, обусловленные следующими обстоятельствами:

а) в проекционном изображении накладываются одна на другую (перекрываются) проекции элементов структуры, находящихся в объеме фольги или среза. Наложение может быть многократным, причем кратность наложения в общем случае нельзя определить по проекционному изображению;

б) некоторые микрочастицы целиком находятся внутри объема фольги или среза, а другие перерезаны (усечены) верхней или нижней поверхностями фольги и поэтому только частично находятся внутри ее объема.

Из вышесказанного следует, что точные количественные соотношения между параметрами пространственной структуры и ее проекционного изображения можно установить только для точечных или линейных элементов этой структуры, а для удельной поверхности, объемной доли фазы и числа микрочастиц в объеме могут быть выведены только приближенно с определенными допущениями и оговорками.

ЧИСЛО ТОЧЕЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА

Рассмотрим тонкий срез (или фольгу) толщиной t , который содержит в своем объеме какие-то точечные элементы структуры (вершины полиэдров, узлы сетки дислокации, точечные включения и др.). Число таких элементов в единице объема, которое нужно определить, обозначим N_T мм⁻³. На проекционном изображении будут видны проекции всех точечных элементов, содержащихся в объеме среза, которые легко подсчитать. Если среднее число проекций точечных элементов на единице площади проекционного изображения обозначить N_T' мм⁻², то это число равно числу точечных элементов, содержащихся в объеме среза, равно $1 \times 1 \times t$ мм³.

Следовательно, искомое число точечных элементов в единице объема анализируемого объекта равно:

$$N_T = N_T' / t \text{ мм}^{-3} \quad (26)$$

Нужно отметить, что точечные элементы пространственной структуры не пересекаются плоскостью шлифа (вероятность пересечения точки случайной плоскостью равна нулю). Поэтому число их в объеме сплава можно определить только по срезу, но не по шлифу.

СУММАРНАЯ ДЛИНА (ПЛОТНОСТЬ) ЛИНИЙ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА

Проекционное изображение линейных элементов структуры (например, дислокационных линий) зависит от их формы и ориентации в объеме среза (фольги).

Рассмотрим общий случай, когда линейные элементы расположены и ориентированы в пространстве случайно, так что любое направление их равновероятно (пространственно изометрическая система линий). Проекционное изображение таких линейных элементов представляет собой изометрическую систему линий. Суммарную длину линий в единице объема обозначим ΣL мм/мм³, а суммарную длину их проекций на единице площади проекционного изображения — $\Sigma L'$ мм/мм².

Как показал И. Андервуд :

$$\Sigma L = \frac{4}{\pi} \Sigma L' / t \text{ мм/мм}^3 \quad (27)$$

Формула (27) устанавливает точное соотношение между суммарными длинами (плотностями) линейных элементов в единице объема и их проекций на единице площади проекционного изображения. Принимая во внимание, ранее полученное соотношение, преобразуем формулу (27) (поскольку $\Sigma P = \Sigma L'$):

$$\Sigma L = 2m / t \text{ мм/мм}^3,$$

где m — среднее число пересечений случайных секущих с линиями проекций линейных элементов на проекционном изображении, на единице длины секущих, мм⁻¹.

СУММАРНАЯ ПЛОЩАДЬ ПОВЕРХНОСТЕЙ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА

Точное и простое соотношение А. Коши связывает площадь поверхности выпуклого тела и среднюю площадь проекции этого тела;

$$S = 4\bar{F}' \text{ мм}^2,$$

где S — поверхность выпуклого тела, мм².

F' — средняя площадь проекций тела, мм².

Если тело не является выпуклым, т. е., имеет вогнутости, на его проекциях происходит наложение поверхностей и площадь средней проекции окажется меньше, чем $1/4$ часть площади поверхности тела.

Рассмотрим двухфазную структуру, состоящую из матрицы и выпуклых дисперсных микрочастиц второй фазы. Если допустить, что наложения проекций микрочастиц не происходит и, что в объеме среза нет микрочастиц, перерезанных (усеченных) верхней и нижней плоскостями среза, то из формулы Коши следует выражение

$$\sum S = 4 \sum F' / t \text{ мм}^2/\text{мм}^3 \quad (28)$$

где $\sum S$ — удельная поверхность микрочастиц, мм²/мм³;

$\sum F'$ — суммарная площадь проекций микрочастиц на единице площади проекционного изображения, мм²/мм² ;

t — толщина среза, мм.

Наложение проекций выпуклых микрочастиц на проекционном изображении отмечается в тем большей степени, чем больше толщина среза, чем крупнее микрочастицы и чем больше число их в единице объема. Если число микрочастиц в объеме, их размеры и толщина среза малы, формулой (28) можно пользоваться без коррекции, но с некоторым ущербом для точности получаемого результата.

ЧИСЛО МИКРОЧАСТИЦ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА

Рассмотрим срез двухфазной структуры, в которой одна фаза является матрицей, а другая представлена равновеликими шаровидными микрочастицами, диаметр которых D , а число в единице объема N . Число равновеликих шаровидных микрочастиц в единице объема исследуемого объекта определяют по формуле:

$$N = N' / (t + D) \text{ мм}^{-3}, \quad (29)$$

где N — число микрочастиц в единице объема, мм⁻³;

N' - число проекций микрочастиц на единице площади проекционного изображения, мм⁻²;

D — диаметр микрочастиц, мм;

t — толщина среза, мм.

Поскольку толщина среза известна, диаметр микрочастиц равен диаметру их проекций (исключая усеченные микрочастицы), а число проекций на единице площади проекционного изображения легко подсчитать, то формулу (29) можно использовать для определения числа равновеликих шаровидных микрочастиц по срезу. Формула (29) точна только при малой объемной доле фазы шаровидных микрочастиц и при малой толщине среза.

Рассмотрим более сложный случай - систему неравновеликих шаровидных микрочастиц, средний диаметр которых равен \bar{D} . Формула (29) остается точной, если за-

менить в ней диаметр D равновеликих микрочастиц средним диаметром \bar{D} неравновеликих шаровидных микрочастиц:

$$N = N' / (t + \bar{D}) \text{ мм}^{-3}. \quad (30)$$

Величину \bar{D} можно определить как средний диаметр проекций микрочастиц на проекционном изображении.

ОБЪЕМНАЯ ДОЛЯ ФАЗЫ

Как было сказано выше, из-за наложения проекций нельзя дать в общем виде зависимость объемной доли фазы в сплаве от параметров проекционного изображения. Такая зависимость выводится для простой системы равновеликих шаровидных микрочастиц, диаметр которых равен D , а число в единице объема N .

Путем несложных преобразований была получена нижеприведенная формула (Дж. Кан, Дж. Наттинг), при помощи которой можно определить объемную долю фазы равновеликих шаровидных микрочастиц по проекционному изображению (если наложением проекций можно пренебречь):

$$\sum V = \frac{\sum F'}{1 + 3t/2D} \text{ мм}^3/\text{мм}^3, \quad (31)$$

где $\sum F'$ - суммарная площадь проекций микрочастиц на единице площади проекционного изображения, $\text{мм}^2/\text{мм}^2$;

D — диаметр микрочастиц, мм;

t — толщина среза, мм.

В приведенной формуле нельзя заменить диаметр равновеликих микрочастиц D средним диаметром неравновеликих шаровидных микрочастиц \bar{D} без ущерба для точности, так как здесь имеет значение также и дисперсия диаметра неравновеликих микрочастиц.

IV. ПРАКТИКА СТЕРЕОМЕТРИЧЕСКОГО МИКРОАНАЛИЗА

15. НЕОДНОРОДНОСТЬ СТРУКТУРЫ И ВЫБОР ПЛОСКОСТИ ШЛИФА

Масса образцов, подвергаемых микроанализу, совершенно ничтожна по сравнению с массой партии металла, который они представляют, однако по их структуре судят о качестве металла в целом. Строго говоря, данные стереометрического микроанализа точно характеризуют только небольшой объем металла, непосредственно примыкающий к плоскости шлифа. Чтобы образец был представительным, т. е. чтобы полученные данные о структуре шлифа были типичными для металла в целом, при выборе местоположения и направления плоскости шлифа необходимо учитывать неоднородность структуры и ее ориентацию в пространстве.

При получении слитка или отливки неоднородность структуры предопределяется различием кристаллизационных параметров по сечению и высоте, обусловленным снижением скорости охлаждения металла от поверхности к центру сечения, ликвационными и усадочными явлениями, транскристаллизацией и т.п. При формировании структуры в процессе кристаллизации она получает определенную пространственную симметрию, зависящую от формы слитка или отливки.

При последующей прокатке слитка неоднородность его исходной структуры частично наследуется в структуре проката (например, ликвационная зона). Структура приобретает волокнистое строение и определенную пространственную ориентацию,

зависящую от конечного профиля проката. Структура полученного проката также будет иметь ось, или плоскость симметрии. Рассмотрим два типичных случая, встречающиеся наиболее часто: прокатанный металл круглого профиля и листовой прокат.

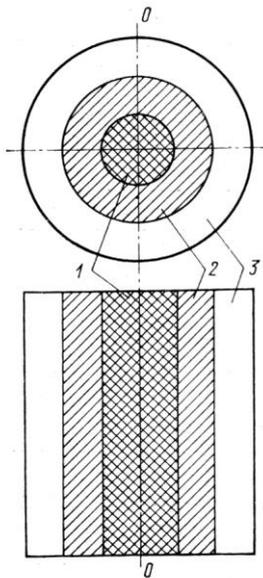
Для наглядности представим неоднородность структуры прокатанного круглого профиля в виде трех разнородных зон 1—3, показанных на рис. 8. Осью симметрии структуры является ось прокатанного прутка $O-O$. Принимаем, что определяемый параметр структуры (например, относительный объем неметаллической фазы) оценивается в зонах 1—3 величинами C_1 , C_2 и C_3 соответственно. Найдем среднее, взвешенное по площади шлифа значение параметра \bar{C} для поперечного и продольного шлифа, плоскость которого проходит через ось прутка.

На поперечном шлифе площади зон 1—3 составляют соответственно 0,11; 0,33 и 0,56 площади шлифа. Поэтому среднее взвешенное значение параметра C по поперечному шлифу будет равно

$$\bar{C}_{\perp} = 0,11C_1 + 0,33C_2 + 0,56C_3.$$

На продольном осевом шлифе площади зон 1—3 одинаковы и равны 0,33 площади шлифа каждая. Поэтому среднее взвешенное значение параметра C по продольному шлифу будет равно:

$$\bar{C}_{\parallel} = 0,33C_1 + 0,33C_2 + 0,33C_3.$$



Видно, что объем каждой из зон равен ее площади на поперечном шлифе, умноженной на длину прутка. Следовательно, доли зон 1—3 в объеме прутка равны долям их площадей на поперечном шлифе. Поэтому среднее значение параметра \bar{C} , действительное для всего объема прутка, совпадает со средним значением этого параметра, определенным на поперечном шлифе \bar{C}_{\perp} , но не на продольном. Отсюда следует, что плоскость шлифа должна быть перпендикулярна к оси симметрии структуры.

Рис. 8 - Схема поперечного и продольного (осевого) сечений проката с осевой симметрией структуры, имеющей три зоны структурной неоднородности. Ось симметрии $O-O$.

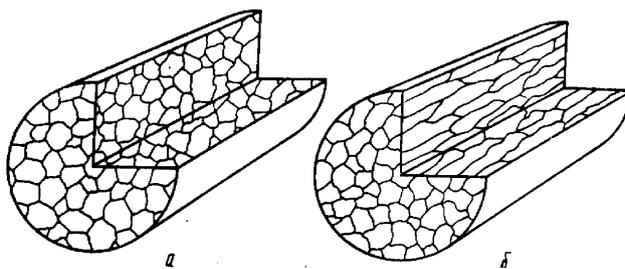


Рис. 9 - Схема, показывающая, что при одинаковой структуре поперечного шлифа пространственная структура может быть различна: *a* - равноосные микрочастицы; *б* - вытянутые микрочастицы.

Однако, в тех случаях, когда структура имеет пространственную ориентацию, поперечный шлиф не может дать полного представления о структуре. Как показано на рис. 9, при тождественной форме и разме-

рах зерен на поперечном шлифе, их пространственная форма может сильно различаться: быть равноосной или же в разной степени вытянутой вдоль оси проката.

Расположим поля зрения равномерно вдоль радиуса сечения прутка, на расстояниях R_1, R_2, \dots от центра сечения. Пусть значения параметра C в этих полях зрения оказались соответственно равны C_1, C_2, \dots . Эти значения характеризуют структуры кольцевых зон, площади которых соответственно равны F_1, F_2, \dots . Тогда средневзвешенное для всей площади сечения значение параметра C определим формулой:

$$\bar{C} = \frac{C_1 F_1 + C_2 F_2 + \dots}{F_1 + F_2 + \dots} = \frac{C_1 R_1 + C_2 R_2 + \dots}{R_1 + R_2 + \dots} \quad (32)$$

Формула (32) является математически точным выражением для расчета средневзвешенного значения параметра \bar{C} по всей площади поперечного сечения и, следовательно, всего объема прутка (или отливки), имеющего осевую симметрию структуры. Ясно, что измерения параметра в полях зрения, расположенных равномерно вдоль радиуса сечения, можно производить не только на поперечном, но и на продольном шлифе, плоскость которого проходит через ось симметрии.

При рассмотрении листового проката, структура которого симметрична относительно плоскости, проходящей по середине толщины листа и параллельной его поверхности объективную картину также дает поперечный микрошлиф. Это справедливо и для отливок, имеющих форму пластин или плит, структура которых имеет плоскость симметрии.

Из изложенного следует, что в рассмотренных случаях структурной неоднородности нужно располагать плоскость основного шлифа перпендикулярно к оси или к плоскости симметрии структуры. Поля зрения на этой плоскости следует располагать равномерно либо по всей площади шлифа, либо по длине линии, перпендикулярной к плоскости или к оси симметрии. В последнем случае, т. е. если структура имеет осевую симметрию, среднее значение параметра для всего объема определяют по формуле (32).

Многообразие геометрических форм заготовок и деталей и технологии их получения обуславливает многообразие форм неоднородности и ориентации структуры. Поэтому невозможно дать рекомендации для правильного выбора положения плоскости шлифа, пригодные во всех случаях. В каждом конкретном случае этот вопрос следует решать с учетом существующих в металле осей или плоскостей симметрии структуры.

Выбор облегчается, если структура не имеет пространственной ориентации, т. е. если она изометрична. При этом следует принимать во внимание только возможную неоднородность структуры в объеме анализируемого образца.

16. КАЧЕСТВО ШЛИФА ДЛЯ СТЕРЕОМЕТРИЧЕСКОГО МИКРОАНАЛИЗА

При выводе основных стереометрических соотношений принималось, что пространственная структура пересекается геометрической плоскостью. Поэтому основным требованием к качеству металлографического шлифа является минимальная рельефность его поверхности. Чем рельефнее поверхность шлифа, чем дисперснее структура, тем ниже точность определения параметров структуры.

Микрорельеф получается в процессе полировки, что обусловлено различной твердостью структурных составляющих. Для получения хорошего результата продолжительность полировки необходимо свести к минимальной, что требует тщательной предварительной подготовки поверхности шлифа путем шлифовки на абразивном круге и шкурках. Увеличению микрорельефа способствуют переполировка и глубокое травление. Травление шлифа, необходимое для выявления элементов структуры, должно быть минимальным. В этом случае структуру следует выявлять не созданием рельефа травления, а путем различной окраски составляющих ее фаз.

Микрорельеф по-разному влияет на точность определения различных параметров структуры. Минимальный рельеф требуется при определении размеров и чисел микрочастиц дисперсной фазы, а также объемной доли такой фазы. Определение удельной поверхности зерен однофазных полиэдрических структур и не очень дисперсных фаз многофазных структур, менее чувствительно к величине микрорельефа. Еще меньше влияние микрорельефа при определении суммарной длины линейных элементов пространственной структуры. Существенное значение имеют форма микрочастиц и свойства вещества микрочастиц (твердость, хрупкость).

Микрорельеф создает теневое кольцо вокруг сечений карбидных зерен на шлифе, что затрудняет измерение их размеров и приводит к ошибочной оценке числа зерен в объеме сплава. В связи с этим в подобных структурах микрорельеф поверхности шлифа должен быть минимальным. Структура выявляется не в результате контрастности, получаемой благодаря теневой картине, обусловленной микрорельефом, а различной окраской структурных составляющих (например, травлением пикратом натрия и т. п.).

При пластинчатой форме карбидов ферритокарбидной смеси преимущественное растворение ферритной фазы также приводит к получению рельефа. Наличие микрорельефа увеличивает видимую ширину карбидных пластинок и приводит к завышенной оценке содержания карбидной фазы в объеме структуры согласно соотношению (13). Однако число пластинок, пересекаемых секущей прямой на шлифе, практически не зависит от величины рельефа. Поэтому микрорельеф почти не сказывается на оценке дисперсности пластинчатого перлита по удельной поверхности раздела фаз, основанной на соотношении (14).

При оценке загрязненности стали неметаллическими включениями микрорельеф минимален, так как образцы обычно закаливают и просматривают шлиф без травления. Тем не менее, и в этих условиях оценка может быть ошибочной, особенно если используются продольные шлифы. Тонкие нитевидные включения, небольшой сегмент сечения которых находится внутри тела шлифа, могут быть вырваны в процессе шлифовки. Другие включения, тело которых находится внутри шлифа, а из него выступает небольшой сегмент сечения, могут «замазываться» тонким слоем металла при полировке. Поскольку шлиф просматривают без травления, они остаются скрытыми и при анализе не учитываются. И вырывание, и «замазывание» включений приводят к кажущемуся уменьшению их числа и содержания неметаллической фазы в стали. На поперечном

шлифе оба эти явления не наблюдаются.

Явление «замазывания» металлом тонких пластинок и мелких шаровидных включений графита наблюдается в серых и высокопрочных чугунах. Этому способствуют низкая твердость металлической основы (феррит) и хрупкость графита, который выкрашивается в процессе полировки, особенно если она длительна

17. ТЕХНИЧЕСКИЕ СРЕДСТВА СТЕРЕОМЕТРИЧЕСКОГО МИКРОАНАЛИЗА

Микроанализ проводят на обычных металлографических микроскопах, оснащенных стандартной оптикой и приспособлениями. Можно пользоваться также микроскопом прибора ПМТ-3, который применяют для определения микротвердости.

Количественные измерения и подсчеты элементов микроструктуры на шлифе производят визуально, наблюдая структуру в окуляр, а также на матовом стекле микроскопа. В последнем случае необходимо, чтобы матовое стекло было легко доступно для выполнения на нем измерений, а изображение на нем должно быть достаточно ярким и четким.

Предметный столик микроскопа должен обеспечивать плавное перемещение шлифа в плоскости столика в двух взаимно перпендикулярных направлениях при помощи микрометрических винтов, которые одновременно измеряют величину перемещения с точностью 0,01 мм.

В металлографических микроскопах МИМ-7, МИМ-8 и др. шлиф находится над объективом, полированной поверхностью вниз. Часть площади шлифа, опирающаяся на накладную шайбу микроскопа, наблюдателю недоступна. Чтобы сделать всю площадь шлифа доступной наблюдению, нужно укрепить шлиф пластилином на стеклянной пластинке (соблюдая строгую параллельность плоскостей шлифа и пластинки) и подвесить его на столике полированной поверхностью вниз.

Чтобы производить измерения на площади шлифа в определенных направлениях, нужно иметь на столике микроскопа накладную шайбу с градусной шкалой, поворот которой придает шлифу нужное направление при движении столика.

Комплект оптики микроскопа должен обеспечить получение соответствующего увеличения для уверенного распознавания элементов анализируемой структуры. При количественном анализе недостаточное увеличение может привести к ошибочным результатам оценки параметров двумерной структуры. Например, подсчитанное на одном и том же участке шлифа число плоских зерен в основном зависит от использованного увеличения (в пределах от $\times 100$ до $\times 1000$), изменяясь в результате выявления новых мелких зерен при больших увеличениях. Соответственно изменяется и площадь среднего зерна.

Увеличение микроскопа следует точно измерить, так как от этого зависит точность измерения линейных размеров элементов структуры, их площадей, числа их на единице площади или на единице длины секущей линии. Для определения увеличения применяют обычные объект-микрометры. Для количественных измерений и подсчетов при визуальном наблюдении необходим набор окуляров с различными окулярными вставками.

Окуляр-микрометр с линейкой, разделенной на 100 равных частей, применяют для измерения линейных размеров сечений микрочастиц (диаметры, хорды) и для подсчета числа элементов структуры, пересекаемых единицей длины секущей линии. Длина шкалы окуляра не должна превышать 0,75—0,80 диаметра поля зрения, так как структура по периферии поля имеет меньшую четкость. Наличие диаметральной линии на линейке окуляра обязательно, так как именно она и служит в качестве секущей прямой (рис. 10).

Квадратно-сетчатый окуляр (рис. 11, в) используют главным образом в качестве системы точек, накладываемых на структуру, для подсчета доли точек, попавших на определенные структурные составляющие.

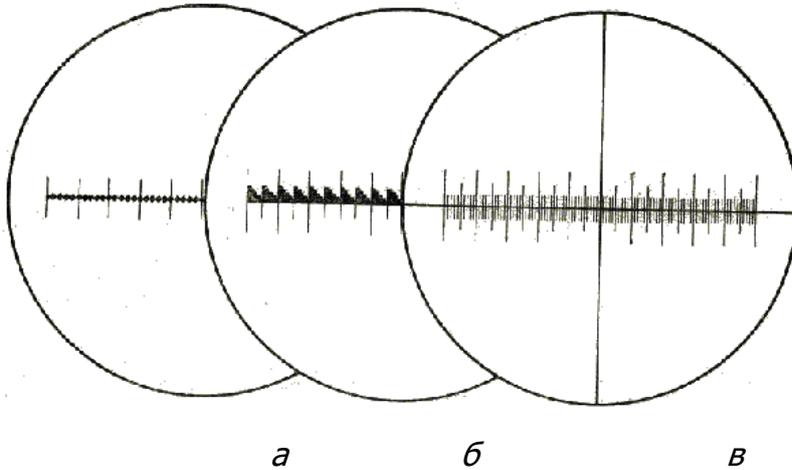


Рис. 10 - Окулярные линейки различных типов

Он содержит 289 узловых точек сетки (17X17) или 256 квадратов (16x16). Подсчет при таком большом числе точек в поле зрения затруднителен. Удобнее окуляры такого же типа, но с меньшим числом узловых точек (25, 100) или окулярные сетки, показанные на рис. 11, а и 11,б, имеющие соответственно 25 и 100 точек (вершин квадратов).

Винтовой окуляр-микрометр АМ 9-2м микротвердомера ПМТ- 3 имеет в поле зрения подвижный крест нитей. Точка перекрестия перемещается вращением головки (барабана) на расстояние до 8 мм. Один оборот головки, имеющей 100 делений, перемещает точку перекрестия на 1 мм, т. е. цена деления головки равна 0,01 мм (но при измерениях, цена деления должна быть приведена к плоскости шлифа при помощи объект-микрометра). Линию перемещения точки перекрестия на шлифе принимают за секущую прямую соответствующей длины. При перемещении точки перекрестия подсчитывают, например, число ее пересечений с линиями границ зерен или фаз на шлифе и определяют среднее число пересечений на единице длины. По этому числу, в соответствии с соотношением (14), находят удельную поверхность зерен или фаз в сплаве. Окуляр можно использовать также для измерения линейных размеров элементов структуры на шлифе (диаметра, хорды сечения микрочастиц и др.).

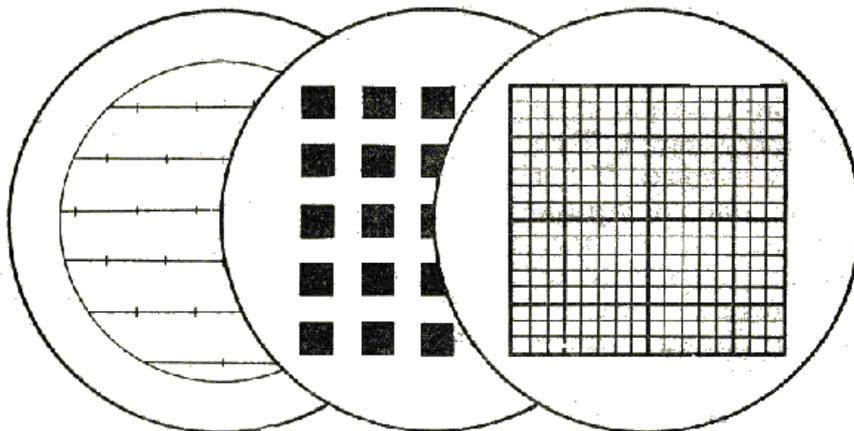


Рис. 11 - Окулярные линейки различных типов

а

б

в

Для измерения и суммирования длин отрезков случайной линии, проходящих через участки различных фаз (составляющих) микроструктуры, служат интеграционные столики различных типов. Их устанавливают на предметном столике микроскопа. Шлиф перемещают в поле зрения микроскопа с окуляром, имеющим перекрестие, при помощи шести головок. Каждая из них перемещает шлиф в одном и том же направлении, независимо от других, и на каждой головке регистрируется осуществляемая этой головкой длина перемещения. Цена деления на головке отвечает перемещению шлифа на 0,01 мм. Перемещение шлифа при прохождении точки перекрестия по каждой из структурных составляющих осуществляют предназначенной для нее головкой. Таким образом, прибор может суммировать длины отрезков прямой линии, попавших на любую из шести структурных составляющих, по отдельности. По суммарным длинам отрезков, в соответствии с уравнением (14) определяют объемный структурный состав сплава.

Окулярные вставки с линейкой или сеткой, нанесенными штриховыми линиями, имеют существенный недостаток, обусловленный тем, что эти линии имеют некоторую ширину, не являясь геометрическими линиями. Ширина реальных штрихов окулярных вставок служит источником погрешности при количественном микроанализе.

18. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ ПАРАМЕТРОВ ДВУМЕРНОЙ СТРУКТУРЫ

Как было сказано ранее, геометрические параметры трехмерной микроскопической структуры определяют на основе информации, полученной количественным микроанализом двумерной структуры шлифа. Основными параметрами двумерной и одномерной структур являются: статистические показатели, характеризующие площади или линейные размеры сечений микрочастиц, средние числа ареальных, линейных и точечных элементов структуры на единице площади шлифа, среднее число точек пересечений секущей линии с линейными элементами двумерной структуры на единице длины секущей и др.

Рассмотрим технику измерения основных геометрических параметров двумерной и одномерной структур, наблюдаемых на металлографическом шлифе.

ОЦЕНКА ПЛОЩАДЕЙ СЕЧЕНИЙ МИКРОЧАСТИЦ

Сечения микрочастиц имеют бесконечно разнообразные формы, начиная от почти правильного круга, и кончая весьма сложными, разветвленными, распадающимися на несколько фигур, не связанных между собой в плоскости шлифа. Трудоемкость измерения площадей сечения возрастает с усложнением их формы. Оценка площадей индивидуальных сечений (а не их суммарной площади) необходима при расчетах числа микрочастиц в объеме сплава, но методы таких расчетов разработаны только для выпуклых микрочастиц сравнительно простой формы — шаровидных, кубических, эллипсоидальных. Поэтому необходимость измерения площадей сечений ограничивается простыми формами их — кругами, многоугольниками, эллипсами.

Для расчета числа микрочастиц в объеме нужно иметь распределение сечений по величине их площади, для чего необходимо измерить достаточно большое, число сечений (не менее 100). Для получения достоверных данных измеряют все сечения в поле зрения микроскопа или на микрофотографии, но не выборочно.

При визуальном наблюдении структуры под микроскопом обычно оценивают площади сечений только в тех случаях, когда сечения по форме близки к кругу. Для этого используют окуляр, вставка которого имеет несколько кругов и площадь их зако-

номерно возрастает.

На рис. 12,а показана окулярная вставка с кругами, где площадь возрастает от 1 до 50 (за единицу принята площадь наименьшего круга). Увеличение объектива подбирают таким, чтобы наибольшее сечение на шлифе было близко к наибольшему кругу вставки. Сравнивая ее с кругами, оценивают все сечения, попавшие в квадратное поле вставки, регистрируя каждую оценку отдельно. Полученные данные можно объединить в ряд размерных групп, например сечения площадью 0—5, 5—10, 10—15 и т.д.

На рис. 12,б показана окулярная вставка другого типа. На ней площади кругов и прямоугольников возрастают по геометрической прогрессии со знаменателем 2 (площадь каждого последующего круга или прямоугольника вдвое больше предыдущего).

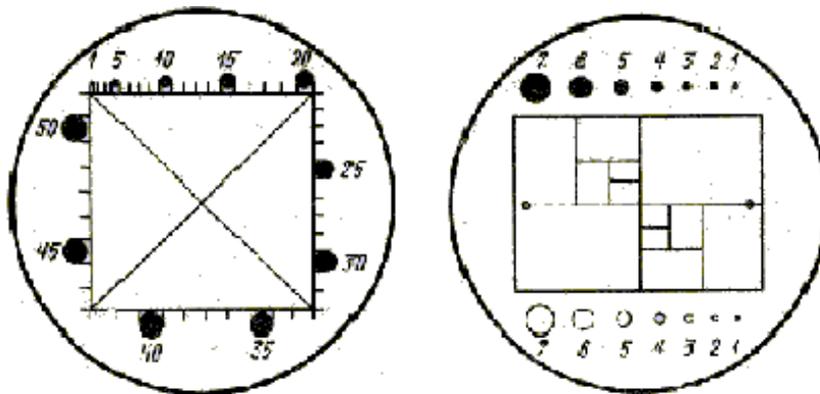


Рис. 12 - Окулярные вставки для оценки площади неметаллических включений округлой формы (а) и сечений микрочастиц (б)

а

б

При пользовании любой вставкой предварительно нужно установить вместо шлифа объект-микрометр и определить коэффициент, на который нужно умножить цифру вставки, чтобы получить площадь круга, приведенную к плоскости шлифа в микрометрах.

При измерениях площадей сечений микрочастиц на микрофотографии или на матовом стекле микроскопа пользуются прозрачными накладными шаблонами с нанесенными на них рядами фигур, площадь которых закономерно растет. При оценке площадей сечений по шаблону необходимо учитывать фактическое увеличение изображения структуры на микрофотографии или на матовом стекле камеры микроскопа.

Площади сечений микрочастиц можно также определять проецированием микрофотографии (при помощи эпидиаскопа) на экран с нанесенной на него квадратной сеткой. Для получения абсолютных величин площадей сечений вместо микрофотографии устанавливают изображение объект-микрометра, сфотографированное при том же увеличении, что и микрофотография, и определяют площадь одного квадрата сетки.

Получив одним из описанных способов величины площадей сечений, их делят на несколько размерных групп. Число их не должно быть меньше 7-8 и обычно не превышает 10—12. Ряд размерных групп может быть либо арифметическим, либо геометрическим, что зависит от принятого метода последующего расчета числа микрочастиц в объеме сплава. В первом случае размерные интервалы площадей сечений в группах строят по арифметическому ряду: 0—1, 1—2, 2—3 и т. д. Во втором случае эти интервалы строят по геометрическому ряду, выбирая соответствующий знаменатель прогрессии. Например, при знаменателе, равном двум, 1—2, 2—4, 4—8 и т. д. Зная площадь шлифа, на которой подсчитаны площади всех сечений микрочастиц, число их в каждой группе относят к единице площади шлифа (мм^2).

То или иное распределение площадей сечений микрочастиц служит основой для расчета их числа в объеме сплава и статистической кривой распределения микрочастиц по размерам.

ОЦЕНКА ЛИНЕЙНЫХ РАЗМЕРОВ СЕЧЕНИЙ МИКРОЧАСТИЦ

Линейные размеры сечений микрочастиц характеризуют величиной их диаметра (если сечения имеют форму круга или близкую к ней) или длинами хорд, отсекаемых контурами сечений на случайной секущей прямой (что применимо к выпуклым сечениям любой геометрической формы).

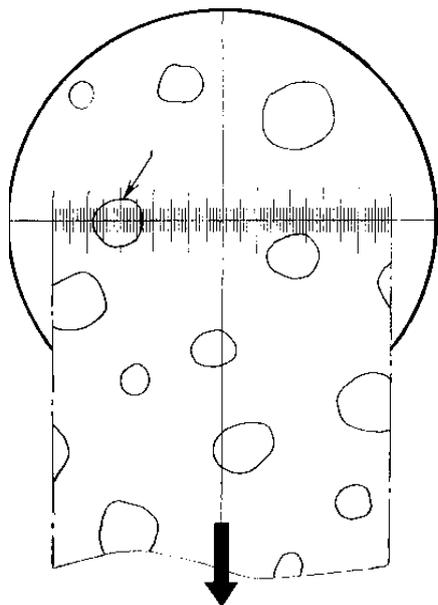


Рис.13- Схема измерения диаметров сечений микрочастиц при передвижении шлифа микрометрическим винтом столика микроскопа

Измеряя диаметры круглых сечений под микроскопом визуально, пользуются окуляр-микрометром с линейкой (см. рис. 10). Шлиф перемещают микрометрическим винтом столика микроскопа в направлении, строго перпендикулярном к линейке окуляра, как показано на рис. 13. При прохождении через линейку центра очередного сечения измеряют и регистрируют его диаметр в делениях шкалы линейки окуляра, не пропуская ни одного сечения, центр которого проходит в пределах длины линейки. Те сечения, центры которых при движении шлифа проходят вне линейки, не учитывают, хотя сами сечения могут частично проходить через концевые точки линейки. Измерив достаточное число сечений (обычно не менее 100), отмечают по микрометрическому винту столика микроскопа длину пути, пройденного шлифом от начала до конца процедуры измерения диаметров. Проанализированная площадь шлифа равна длине этого пути, умноженной на длину линейки окуляра (приведенную к плоскости шлифа).

Полученные величины диаметров сечений распределяют на ряд размерных групп, интервалы которых выбраны по арифметическому (0—1, 1—2, 2—3 и т. д.) или геометрическому (1—2, 2—4, 4—8 и т. д.) ряду, что зависит от выбора метода последующего расчета числа микрочастиц в объеме и распределения их по размерам. Число сечений в каждой размерной группе относят к единице площади шлифа (мм^2).

Диаметры сечений можно измерять также обычной линейкой на микрофотографии, на проекции ее на экран или на матовом стекле камеры микроскопа с учетом линейного увеличения изображения микроструктуры.

Распределение длин хорд, получаемых при пересечении микрочастиц случайной секущей прямой, позволяет рассчитать число микрочастиц в объеме и распределение их по размерам. Такой расчет не ограничивается сферическими микрочастицами, а применим и к выпуклым микрочастицам любой формы— кубическим, эллипсоидальным и т. п.

Измеряя длины хорд при визуальном наблюдении под микроскопом, используют

окуляр с линейкой (см. рис. 11). По первому варианту шлиф перемещают микрометрическим винтом столика микроскопа в направлении, перпендикулярном к осевой линии линейки, согласно рис. 13. Перемещение производят скачкообразно на одно и то же расстояние (например, на 0,1 мм) В каждом новом положении шлифа регистрируют длины хорд, отсекаемых осевой линией линейки на контурах сечений микрочастиц. Суммарная длина секущей линии равна произведению числа перемещений столика на длину линейки окуляра (приведенную к плоскости шлифа).

По второму варианту шлиф перемещают микрометрическим винтом столика в направлении, строго совпадающем с осевой линией линейки окуляра. При этом осевая линия линейки проходит через сечения микрочастиц, контуры которых отсекают на ней ряд хорд. Длину каждой хорды регистрируют, оценивая в делениях шкалы линейки. Измерив достаточное число хорд, определяют суммарную длину секущей прямой, на которой они расположены. Эта длина равна пути перемещения столика микроскопа в процессе выполнения анализа и определяется разницей показаний микрометрического винта столика в начале и в конце измерения хорд. Измерение можно повторить по нескольким секущим, расположенным параллельно, или в различных направлениях.

После измерений по любому из двух вариантов устанавливают вместо шлифа объект-микрометр и определяют цену деления линейки окуляра. Полученные длины хорд приводят к плоскости шлифа и распределяют по размерным группам.

Размерные интервалы этих групп устанавливают либо по арифметическому, либо по геометрическому ряду, в зависимости от принятой методики последующего расчета числа микрочастиц в единице объема и распределения их по размерам. Число хорд в каждой размерной группе относят к единице длины секущих прямых (мм).

Такие же измерения могут быть выполнены на матовом стекле камеры микроскопа, на микрофотографии или на проекции ее на экране эпидиаскопа. В этих случаях хорды измеряют прозрачной миллиметровой линейкой с учетом линейного увеличения изображения структуры.

ЧИСЛО ЭЛЕМЕНТОВ СТРУКТУРЫ НА ЕДИНИЦЕ ПЛОЩАДИ ШЛИФА

Геометрические элементы двумерной структуры могут быть представлены на шлифе точками, линейными отрезками или фигурами сечений микрочастиц. Число таких элементов относят к единице площади шлифа (мм²).

При визуальном наблюдении структуры подсчет целесообразно вести в несколько ограниченном поле зрения, так как структура по периферии поля зрения видна менее четко. Необходимо измерить с помощью объект-микрометра размеры и площадь поля зрения. Форма поля зрения при подсчете точек значения не имеет, но подсчет числа отрезков или сечений микрочастиц нужно вести в поле, ограниченном прямыми линиями (квадрат, прямоугольник), так как при подсчете их в круге имеется систематическая ошибка. Число подсчитываемых элементов в поле зрения не должно превышать 10—20, чтобы не сбиться со счета.

Для получения достоверной оценки структуры шлифа в целом подсчет повторяют в нескольких полях зрения и выводят среднюю величину. Таким образом, подсчитывают любые точечные элементы двумерной структуры — точки выхода дислокаций (ямки травления), точечные неметаллические включения на поперечном шлифе и т. п.

При определении числа сечений микрочастиц на единице площади шлифа подсчитывают три категории таких сечений: **х**-сечения, целиком попавшие внутрь участка шлифа, ограниченного квадратом (или прямоугольником); **у**-сечения, пересеченные

линиями периметра квадрата, не считая тех, на которые попали точки вершин квадрата: z -сечения, на которые попали точки вершин квадрата. Затем приведенное число сечений микрочастиц на площади квадрата (или прямоугольника) рассчитывают по формуле

$$u = x + 0.5y + 0.25z \quad (33)$$

Разделив это число на площадь участка шлифа, ограниченного квадратом или прямоугольником, получают число сечений микрочастиц на единице площади шлифа n , мм^{-2} .

Во всех случаях описанную процедуру подсчета нужно повторить в ряде полей зрения, чтобы получить достоверную оценку структуры шлифа в целом.

При подсчете сечений на микрофотографиях или на матовом стекле камеры микроскопа есть возможность отмечать уже подсчитанные сечения.

ЧИСЛО ТОЧЕК НА ЕДИНИЦЕ ДЛИНЫ СЕКУЩЕЙ ЛИНИИ

Основное стереометрическое соотношение (14) позволяет определять суммарную площадь граничных поверхностей зерен или различных фаз в единице объема сплава по среднему числу пересечений случайной секущей линии с соответствующими граничными линиями на шлифе, отнесенному к единице ее длины m , мм^{-1} . Применяют два варианта определения числа m .

При пользовании методом неподвижного шлифа секущей линией является осевая линия линейки окуляра или другая линия, как показано на рис. 14. На рис. 14, а осевая линия линейки окуляра пересекла граничные линии полиэдрической однофазной структуры в трех точках (на видимой половине линии). На рис. 14, б такими линиями являются верхняя и нижняя границы черной полосы, которые пересекают граничные линии двух фаз структуры соответственно в шести и в четырех точках (на видимой половине линий). При ориентированных структурах числа точек пересечений секущих с граничными линиями должны быть оценены по меньшей мере в двух направлениях: параллельном и перпендикулярном к направлению (оси) ориентации (рис. 14, в). Число пересечений параллельно оси ориентации равно 2, а перпендикулярно к оси 15.

Натуральную длину секущей линии в плоскости шлифа определяют объектом-микрометром и относят число подсчитанных точек к единице длины секущей. После подсчета в одном поле зрения смещают шлиф и повторяют во втором поле и т. д. до получения среднего числа пересечений, характерного для всего шлифа в целом.

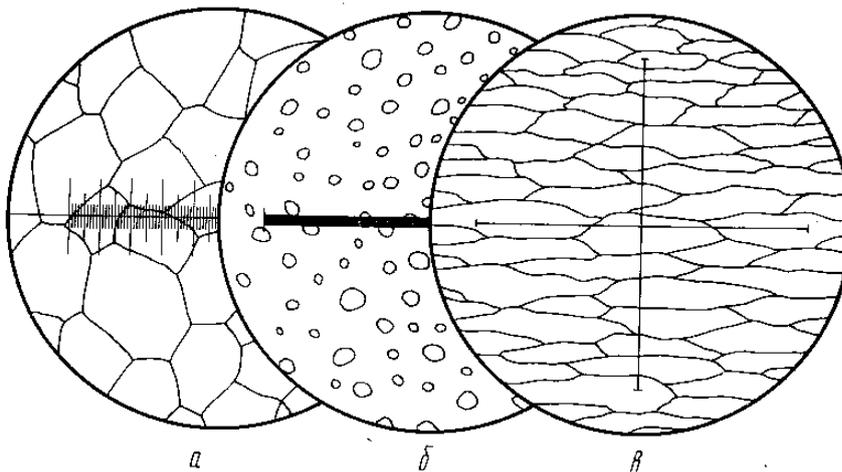


Рис. 14
Схема подсчета числа точек пересечений секущей прямой с граничными на шлифе (метод неподвижного шлифа)

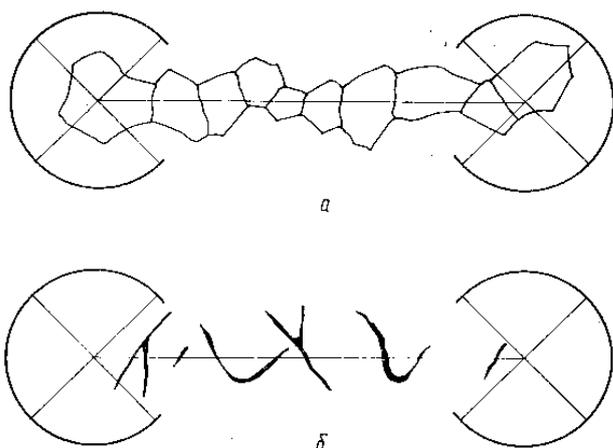


Рис. 15 - Схема подсчета числа точек пересечений секущей прямой с граничными линиями на шлифе (метод подвижного шлифа).

При анализе методом подвижного шлифа пользуются окуляром с крестом нитей. Шлиф медленно перемещают микрометрическим винтом столика микроскопа, одновременно подсчитывая число линий границ, прошедших через точку перекрестия окуляра. Следовательно, секущей линией является путь этой точки через структуру, длина которого определяется показаниями микрометрического винта столика микроскопа. Схематически такой подсчет показан на рис. 15, а, где точка перекрестия окуляра пересекает на своем пути линии границ зерен в 9 точках или линии границ графита и металлической основы чугуна в 18 точках (рис. 15, б). Метод подвижного шлифа удобен тем, что позволяет вести подсчет по длинной секущей, пересекающей шлиф от одного края до другого, причем натуральная длина секущей непосредственно отсчитывается микрометрическим винтом столика микроскопа.

Подсчет в отдельном поле зрения можно выполнить, пользуясь винтовым окуляром-микрометром АМ 9-2. Число переходов точки перекрестия через линии границ подсчитывают при ее перемещении от одного края поля зрения до другого. В этом случае путь перемещения измеряют объект-микрометром.

19. АВТОМАТИЧЕСКИЙ КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МИКРОАНАЛИЗ

Определение достоверного значения любого из параметров двумерной структуры является длительным и трудоемким, так как требует измерения или подсчета сотен, а иногда и тысяч элементов структуры. Процедуру можно значительно облегчить и ускорить, применяя различные приспособления и устройства, механизмирующие процесс количественного микроанализа. Для подсчета элементов микроструктуры на площади шлифа или на секущей линии раньше применяли механические или электрические счетчики, связанные с механизмом, одновременно перемещающим столик микроскопа в новое положение.

Позднее такой анализ осуществлялся при помощи автоматических сканирующих телевизионных микроскопов, в которых глаз наблюдателя заменялся чувствительными электронными устройствами, реагирующими на элементы микроструктуры и передающими команды для расчёта на соответствующие регистраторы и анализаторы. Одним из таких автоматических микроскопов был «Квантимет» производства Великобритании.

В настоящее время задача значительно упростилась в связи с использованием для этих целей персональных компьютеров. Изображение, зарегистрированное цифро-

вой фотокамерой, загружается в компьютер и обрабатывается специальной программой. Таких программ разработано достаточно много, и они отличаются друг от друга функциональными возможностями. В результате за несколько десятков секунд определяется объёмная доля фаз, их средние размеры, строится гистограмма распределения частиц по размерам и рассчитывается погрешность измерения, коэффициент вариации и другие статистические характеристики.

Однако, следует отметить, что не все геометрические параметры микроструктуры удаётся определить с помощью компьютерного анализа. Например, для расчёта удельной поверхности и относительной удельной поверхности фаз или структурных составляющих сплава пока программ не создано.

V. СТРУКТУРНЫЙ (ФАЗОВЫЙ) ОБЪЕМНЫЙ СОСТАВ СПЛАВА

20. ПЛАНИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРНОГО СОСТАВА СПЛАВА ПО ОБЪЕМУ (М. ДЕЛЕСС)

Планиметрический метод основывается на первом основном стереометрическом соотношении (13). Согласно этому уравнению объёмная доля структурной составляющей (или фазы) в сплаве равна доле площади, занимаемой ею на шлифе. Поэтому планиметрический метод сводится к измерению суммарной площади сечений микрочастиц данной структурной составляющей (или фазы) на определенной площади металлографического шлифа (см. раздел 18).

Появившиеся позднее линейный и точечный методы определения объёмного структурного состава, более удобные и производительные, чем планиметрический, сильно ограничили область применения последнего. Использование планиметрического метода оправдано только для составляющих, объёмная доля которых в сплаве невелика (неметаллическая фаза, карбидная фаза заэвтектоидных сталей, графитная фаза в стали и чугуне, поры и т. п.), так как при этих условиях трудоёмкость определения точечным и линейным методами выше.

Измерение суммарной площади заданной составляющей выполняют на определенной площади шлифа, которую целесообразно ограничить квадратом или прямоугольником. Измерив по отдельности площади всех сечений микрочастиц, целиком или частично попавших внутрь контура квадрата, суммируют площади сечений, целиком находящихся внутри периметра квадрата, половину площади тех сечений, которые перерезаны этим периметром, и четвертую часть площади сечений, попавших на вершины квадрата.

Для определения объёмной доли структурной составляющей в сплаве, полученную по тому или другому варианту, суммарную площадь сечений микрочастиц структурной составляющей внутри квадрата делят на площадь самого квадрата. Эту операцию повторяют в ряде участков шлифа для получения оценки, характеризующей его структуру в целом.

По другому варианту площади сечений микрочастиц, имеющих форму, близкую к кругу, определяют по измеренным диаметрам сечений, но регистрируют соответствующие им площади. Измерения диаметров сечений выполняют в делениях шкалы окуляр-микрометра с линейкой, при непрерывном перемещении шлифа по схеме, показанной на рис.13. Затем суммируют площади всех сечений микрочастиц, центры которых при движении шлифа прошли в пределах длины линейки окуляра. Полученную площадь делят на площадь структуры, на которой измерены все сечения. Эта площадь равна длине линейки окуляра (100 делений), умноженной на пройденный шлифом

путь, выраженный в тех же единицах, т. е. в делениях линейки.

При всех вариантах планиметрического метода точность и достоверность определения зависят от количества измеренных сечений микрочастиц анализируемой составляющей. Абсолютная ошибка определения при весьма малом содержании анализируемой составляющей может быть рассчитана по формуле

$$\varepsilon \leq \frac{t \sum V}{\sqrt{z}} \sqrt{\left[\frac{\sigma(F)}{\bar{F}} \right]^2 + 1}, \quad (34)$$

где ε — абсолютная ошибка определения, выраженная в долях объема сплава;

t — нормированное отклонение;

$\sum V$ — доля объема сплава, занятая данной составляющей;

\bar{F} — средняя площадь сечений микрочастиц;

$\sigma(F)$ — среднее квадратичное отклонение величины F ;

z — число измеренных сечений микрочастиц.

В формулу (34) входят величины, получаемые в процессе выполнения анализа, поэтому ее можно применять для оценки погрешности выполненного микроанализа.

21. ЛИНЕЙНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРНОГО СОСТАВА СПЛАВА ПО ОБЪЕМУ (А. РОЗИВАЛЬ)

Линейный метод основан на первом основном стереометрическом соотношении (13), согласно которому объемная доля структурной составляющей (или фазы) в сплаве равна доле длины секущей линии, проходящей через эту составляющую в объеме (или на шлифе). Поэтому линейный метод сводится к измерению и суммированию длин отрезков прямой линии, проходящей через данную структурную составляющую (или фазу), на определенной длине секущей прямой.

Измерение длин отрезков (линейный метод) по сравнению с планиметрическим значительно снижает трудоемкость определения.

Простейший вариант применения линейного метода при визуальном наблюдении структуры приведен на рис.16. Осевая линия линейки окуляр-микрометра разделена на 100 частей. Суммарная длина отрезков этой линии, лежащих на структурной составляющей α (на рисунке заштрихована), при показанном положении линейки равна 42 делениям (12+2+19+9). Следовательно, по этому определению объемная доля составляющей α в сплаве равна 0,42, или 42%. Повторяя измерение в достаточно большом числе полей зрения, получаем результат требуемой точности и достоверности.

Если число составляющих больше двух, измеряют и суммируют длины отрезков осевой линии линейки для каждой составляющей в отдельности, получая в итоге доли объема каждой из них. При этом можно не измерять отрезки, лежащие на составляющей, объемная доля которой является наибольшей - ее можно получить по разности, как дополнение до 100%.

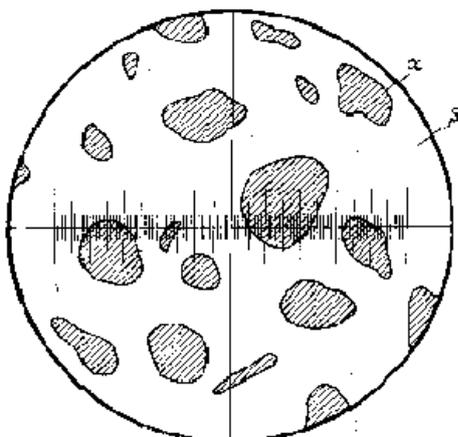


Рис. 16 - Схема определения объемной доли

фазы α линейным методом при неподвижном шлифе

Точность линейного метода обусловлена числом измеренных в процессе анализа отрезков (хорд). Она зависит также от объемной доли структурной составляющей, ее дисперсности и характера структуры.

Для вычисления абсолютной ошибки определения можно пользоваться полуэмпирической формулой

$$\varepsilon = Kt \sqrt{\frac{\sum V(1 - \sum V)}{z}}, \quad (35)$$

где $\sum V$ — объемная доля структурной составляющей в сплаве;

t — нормированное отклонение;

z — число измеренных при анализе отрезков (хорд);

K — коэффициент, зависящий от характера структуры.

Нормированное отклонение t выбирают по табл. 2 в зависимости от требуемой доверительной вероятности P .

22. ТОЧЕЧНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРНОГО СОСТАВА СПЛАВА ПО ОБЪЕМУ (А. А. ГЛАГОЛЕВ)

Точечный метод основан на первом основном соотношении (13) стереометрической металлографии. Сущность точечного метода можно иллюстрировать следующим примером.

На рис. 17 показана двухфазная структура с наложенной на нее квадратной сеткой, которая имеет 25 узловых точек. Из них 8 точек попали на участки шлифа, заштрихованные фазой α (на рисунке заштрихованы). Следовательно, при данном положении сетки доля этой фазы равна $8/25 = 0,32$, или 32%. Повторные наложения сетки позволяют определить содержание фазы с любой необходимой точностью и достоверностью.

Если число структурных составляющих больше двух, подсчитывают отдельно числа узловых точек, попавших на каждую из составляющих в отдельности. Эти числа, отнесенные к их сумме, покажут объемную долю каждой из структурных составляющих в сплаве.

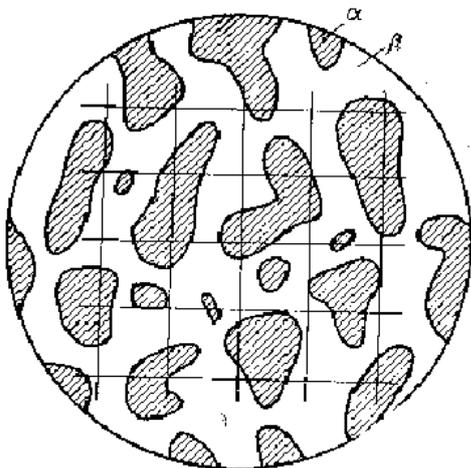


Рис. 17 - Схема определения объемных долей фаз α и β точечным методом путем наложения квадратной сетки с 25 узловыми точками

Точность полученного при точечном анализе результата обусловлена общим числом использованных точек и зависит от объем-

ной доли анализируемой структурной составляющей в сплаве.

Теория вероятностей позволяет установить величину абсолютной погрешности определения ε , выраженную в долях площади шлифа или объема сплава:

$$\varepsilon = t \sqrt{\frac{\sum V(1 - \sum V)}{z}}, \quad (36)$$

Как видно, формула (36) полностью совпадает с формулой (35) для линейного метода, если коэффициент K последней принять 1 (z - число точек).

Нормированное отклонение t определяет доверительную вероятность полученного результата анализа в соответствии с формулой (10) и данными табл. 2.

23. СООТНОШЕНИЯ МЕЖДУ СТРУКТУРНЫМ (ФАЗОВЫМ) СОСТАВОМ СПЛАВА ПО ОБЪЕМУ И ЕГО ХИМИЧЕСКИМ СОСТАВОМ ПО МАССЕ

Структурный объемный состав сплава связан с его химическим составом. В формулы, связывающие химический состав по массе и структурный (фазовый) состав сплава по объему, обязательно входят величины плотностей сплава и его структурных составляющих. Сопоставление химического состава с объемным структурным составом позволяет взаимно проверить правильность данных, полученных при химическом и стереометрическом анализе. Кроме того, такое сопоставление позволяет определять химический состав или плотность некоторых структурных составляющих, которые могут быть выделены из сплава и исследованы отдельно.

Примем следующие обозначения химического состава и плотности отдельных структурных составляющих или фаз и их содержания в сплаве по массе и по объему:

Отдельные структурные составляющие (или фазы) сплава	α, β, γ
Объемная доля структурных составляющих в сплаве	$\sum V_\alpha, \sum V_\beta, \sum V_\gamma$
Содержание структурной составляющей в сплаве % (по массе)...	$G_\alpha, G_\beta, G_\gamma$
Плотность структурных составляющих, г/см ³	$d_\alpha, d_\beta, d_\gamma$
Содержание какого-либо элемента \mathcal{A} в структурной составляющей, % (по массе)	$.. \mathcal{A}_\alpha, \mathcal{A}_\beta, \mathcal{A}_\gamma$

Плотность сплава d_c (г/см³) складывается из масс всех его структурных составляющих, находящихся в единице объема сплава (в 1 см³). В свою очередь масса каждой из структурных составляющих в единице объема сплава равна ее объемной доле, умноженной на плотность этой составляющей. Поэтому

$$d_c = d_\alpha \sum V_\alpha + d_\beta \sum V_\beta + d_\gamma \sum V_\gamma \quad \text{г/см}^3 \quad (37)$$

Если в сплаве имеются поры или рассеянные пустоты различного происхождения, их также следует учитывать как самостоятельную составляющую с плотностью, практически равной нулю.

Если известен полный структурный состав сплава по объему, содержание любой из его структурных составляющих по массе определяют по формуле

$$G_\alpha = \frac{d_\alpha \sum V_\alpha}{d_\alpha \sum V_\alpha + d_\beta \sum V_\beta + d_\gamma \sum V_\gamma + \dots} 100\% \quad (38)$$

Многочлен в знаменателе формулы (38) представляет собой плотность самого сплава d_c . Поэтому, если плотность сплава известна по непосредственному экспери-

ментальному измерению (например, методом гидростатического взвешивания), можно пользоваться более простой формулой.

$$G_{\alpha} = \frac{d_{\alpha} \sum V_{\alpha}}{d_c} 100\% \quad (39)$$

Эта формула позволяет определить любую из трех величин — содержание структурной составляющей по массе G_{α} , ее объемную долю $\sum V_{\alpha}$ плотность d_{α} , если известны две из этих величин и плотность самого сплава.

Интересующая нас структурная составляющая, вообще говоря, может не быть химическим элементом, а иметь сложный состав, являясь химическим соединением, твердым раствором или многофазным образованием (эвтектикой, эвтектоидом). Пусть содержание какого-либо элемента в этой составляющей равно $\mathcal{E}_{\alpha}\%$ (по массе), содержание такого же элемента в сплаве $\mathcal{E}\%$ (по массе), причем элемент полностью сосредоточен только в интересующей нас составляющей. Тогда содержание этой составляющей в сплаве, % (по массе), входящее в формулы (38) и (39), определим выражением

$$G_{\alpha} = \frac{\mathcal{E}}{\mathcal{E}_{\alpha}} 100\% \quad (\text{по массе}) \quad (40)$$

Ниже приведены плотности (г/см³) некоторых структурных составляющих железоуглеродистых сплавов, которые могут быть использованы при расчетах по формулам (37)—(40):

Феррит	7. 874
Цементит	7 .662
Графит	2.216
Перлит	7.848
Фосфид железа	6.74
Двойная фосфидная эвтектика	7.14
Сульфид железа (FeS)	4.30
Сульфид марганца (MnS)	3.99
Кремнезем (SiO ₂)	2,26—2,31
Глинозем (Al ₂ O ₃)	3 , 8 5 - 4,10
Ортосиликат марганца (2MnO-SiO ₂)	3,58—3,70
Силикат глинозема (Al ₂ O ₃ -SiO ₂)	3,05
Ортосиликат железа (2FeO-SiO ₂)	4,35
Окись магния (MgO)	3,50—3,65
Закаись марганца	4,73—5,50

VI. ПЛОЩАДЬ ГРАНИЧНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА (УДЕЛЬНАЯ ПОВЕРХНОСТЬ)

24. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ В ИЗОМЕТРИЧЕСКИХ СТРУКТУРАХ МЕТОДОМ СЛУЧАЙНЫХ СЕКУЩИХ (С. А. САЛТЫКОВ)

Метод случайных секущих основан на втором стереометрическом соотношении (15), согласно которому суммарная площадь поверхностей в единице объема (удельная поверхность) равна удвоенному числу точек пересечений случайных секущих линий с этими поверхностями, отнесенному к единице длины секущих:

$$\Sigma S = 2m \quad \text{мм}^2/\text{мм}^3,$$

где ΣS — удельная поверхность, $\text{мм}^2/\text{мм}^3$;
 m — среднее число точек пересечений, мм^{-1} .

Основное соотношение (15) действительно для любой системы пространственных поверхностей независимо от их формы, расположения и ориентации, при условии, что секущие линии ориентированы в пространстве случайно.

При анализе реальных структур по единственному шлифу это требование выполняется только в том случае, когда анализируемая система граничных поверхностей пространственно изометрична.

Если граничные поверхности как-либо ориентированы в пространстве, число пересечений m зависит от направления и теоретически требуется бесконечно большое число шлифов, плоскости которых различно ориентированы в объеме сплава.

Применяя метод случайных секущих, прежде всего, следует убедиться в том, что анализируемая система граничных поверхностей действительно пространственно изометрична, что далеко не всегда можно заключить по одному шлифу.

Процедура подсчета точек пересечений секущих линий с линиями границ по методу неподвижного шлифа показана на рис. 14, *а* и *б*. Как уже было сказано ранее, секущая линия не обязательно должна быть прямой. Удобно пользоваться секущими в виде окружности или спирали. Натуральную длину секущей, приведенную к плоскости шлифа, определяют объект-микрометром.

Подсчет точек по методу подвижного шлифа показан на рис. 15 для однофазной (*а*) и двухфазной (*б*) структур. Длина секущей в этом случае равна пути перемещения точки перекрестия окуляра по структуре, который регистрируется микрометрическим винтом столика микроскопа.

Относительную погрешность определения числа m или удельной поверхности ΣS , выраженную в процентах, находят в зависимости от общего числа подсчитанных точек пересечений x , пользуясь формулой

$$\varepsilon_{о\text{мн}} = \frac{Kt}{\sqrt{x}} 100\% \quad (41)$$

где t — нормированное отклонение;
 K — коэффициент.

Коэффициент K зависит от характера структуры (равномерности распределения граничных поверхностей в объеме образца и граничных линий, на площади шлифа, наличия ориентации поверхностей), от формы секущей линии (прямая, окружность,

спираль), от равномерности распределения секущих линий по площади шлифа и др.

Минимальное значение коэффициента **K**, равное примерно 0,5 получается при анализе в единичном поле зрения, при круговой и спиральной секущей и при равномерном распределении линий границ в поле зрения. При анализе по всей площади шлифа коэффициент **K** можно принять равным единице.

Раздельное определение числа **m** в отдельных полях зрения иногда целесообразно в том случае, когда хотят изучить распределение удельной поверхности по сечению объекта — вдоль диаметра или по толщине.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПО ПРОЕКЦИОННОМУ ИЗОБРАЖЕНИЮ

Если определение удельной поверхности выполняют не по структуре шлифа, а по проекционному изображению, получаемому при просвечивании структуры тонкого среза или фольги электронным лучом, следует иметь в виду возможность наложения проекций поверхностей друг на друга.

Рассмотрим случай изометрической системы поверхностей, когда характер структуры позволяет надежно установить наличие и кратность наложения проекций поверхностей в каждой точке проекционного изображения. Каждую такую точку можно рассматривать как секущую прямую, направленную перпендикулярно к плоскости среза, имеющую длину, равную толщине среза **t**. Просуммируем числа наложенных одну на другую проекций поверхностей, например в 100 точках проекционного изображения, равномерно распределенных по его площади. Полученная сумма, деленная на $100t$, равна, очевидно, среднему числу пересечений случайных секущих с поверхностями системы, на единице длины секущих **m** мм⁻¹. Поскольку система поверхностей изометрична, удельную поверхность рассчитываем по основной формуле (14).

К сожалению, кратность наложения в большинстве случаев нельзя установить и тогда величину удельной поверхности можно определить по проекционному изображению только при некоторых допущениях и ограничениях.

Рассмотрим систему выпуклых неравновеликих микрочастиц, находящихся в матрице. Если объемная доля микрочастиц в сплаве невелика (несколько процентов), а толщина среза мала (порядка поперечника микрочастиц), наложением (перекрыванием) проекций микрочастиц можно пренебречь без существенного ущерба для точности определения. В данном случае удельную поверхность микрочастиц можно определить по формуле (28).

Планиметрическим, линейным или точечным методами измеряют площадь проекций микрочастиц на единице площади проекционного изображения $\Sigma F'$, мм²/мм² и затем, зная толщину среза **t**, определяют удельную поверхность по формуле (28).

25. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ОРИЕНТИРОВАННЫХ СИСТЕМ ГРАНИЧНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ МЕТОДОМ НАПРАВЛЕННЫХ СЕКУЩИХ (А. Г. СПЕКТОР)

Второе основное соотношение (14) является универсальным и справедливым для любой системы поверхностей. Однако применение его при неизометрических (ориентированных) системах поверхностей затрудняется тем, что число пересечений на единице длины секущей зависит от ее направления. Чтобы воспользоваться в этих случаях формулой (14), необходимо определить величину **t** по нескольким шлифам, плоскости которых различным образом равномерно ориентированы в объеме сплава.

Задача существенно облегчается, если система граничных поверхностей имеет пространственную ось симметрии, что очень часто наблюдается в реальных структурах. Напомним, что при наличии оси симметрии двумерная структура тождественна на всех шлифах, плоскости которых проходят через ось симметрии. Отсюда следует, что при

наличии оси симметрии можно ограничиться одним единственным шлифом, плоскость которого должна проходить через эту ось.

Ось симметрии имеет система граничных поверхностей с линейной ориентацией. Эта ось совпадает с осью ориентации структуры. Такая структура типична для прокатанных или калиброванных прутков и для проволоки сечением, близким к круглому, для отливок цилиндрической формы и т. п. Во всех этих случаях оси симметрии и линейной ориентации структуры совпадают с осевыми линиями изделий. Структура, наблюдаемая на продольных шлифах, плоскости которых проходят через осевую линию, статистически тождественна.

Ось симметрии имеет также система граничных поверхностей с плоскостной ориентацией. Такая структура типична для листового проката с равноосным зерном в плоскости листа, для отливок типа плит или пластин и т.п. На любом шлифе, плоскость которого перпендикулярна к плоскости листа или плиты, структура статистически тождественна, следовательно, ось симметрии структуры перпендикулярна к плоскости листа или плиты, т. е. к плоскости ориентации структуры.

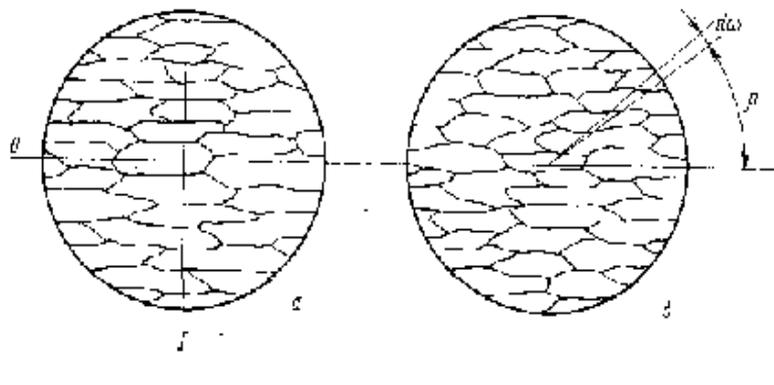


Рис.18 - Схема структур, имеющих симметрию:

а - плоскостная ориентации (0 – 0 – плоскость симметрии перпендикулярна к плоскости рисунка), I – I – ось симметрии;

б - линейная ориентация (0 – 0 линейная ориентации и ось симметрии совпадают)

а
б

На рис. 18 показаны структуры с плоскостной (*а*) и линейной (*б*) ориентацией граничных поверхностей, ось симметрии, плоскость и ось ориентации этих структур. Рассмотрим систему поверхностей, имеющих линейную ориентацию и ось симметрии структуры, совпадающую с осью ориентации (рис. 18, *б*). На секущих, перпендикулярных к оси симметрии, число пересечений является наибольшим, а на секущих, параллельных этой оси — наименьшим. Число пересечений на отдельной секущей является функцией угла β , образуемого секущей прямой с осью симметрии структуры O—O, тогда после преобразований получим:

$$\sum S = 2 \int_0^{\frac{\pi}{2}} m(\beta) d[\cos \beta] \quad (42)$$

Последнее выражение является рабочей формулой для измерения удельной поверхности систем граничных поверхностей с осевой симметрией.

Для практического применения формулы (42) используют шлифы, плоскость которых проходит через ось симметрии структуры. Для изделий, полученных прокаткой или волочением, имеющих равноосный профиль сечения, плоскость шлифа должна проходить через осевую линию прутка или проволоки, которая и является осью симметрии структуры. В случае листового проката плоскость шлифа располагают перпендикулярно к поверхности листа, к которой в свою очередь перпендикулярна ось сим-

метрии структуры.

На шлифе проводят несколько групп взаимно параллельных секущих прямых, причем в каждой группе сохраняют определенный угол между осью симметрии и направлением секущих данной группы. В числе выбранных направлений секущих обязательно должны быть перпендикулярное и параллельное оси симметрии направления. Кроме них, берут еще несколько направлений, число которых определяется необходимостью получения плавного хода кривой при графическом построении. Для секущих каждой группы отдельно подсчитывают средние числа пересечений на 1 мм их длины. По полученным данным строят график в координатах: косинус угла β между секущими и осью симметрии — среднее число пересечений в данном направлении m_β . Затем выполняют графическое интегрирование - определяют площадь под построенной кривой на графике, которая и будет равна среднему числу пересечений, или половине величины удельной поверхности, определяемой формулой (42). Удвоив найденную величину, находим искомую удельную поверхность.

Точность определения удельной поверхности по методу направленных секущих зависит от общего числа точек пересечений, подсчитанных в процессе анализа на секущих всех направлений. Относительную ошибку полученного результата определяют по формуле (41).

26. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ОРИЕНТИРОВАННЫХ СИСТЕМ ПОВЕРХНОСТЕЙ МЕТОДОМ НАПРАВЛЕННОГО КОНТУРА (А. Г. СПЕКТОР)

Изложенный ниже метод, как и предыдущий, предназначен для систем поверхностей, имеющих пространственную ось симметрии. В данной методике подсчитывают число пересечений граничных линий на шлифе с линейным контуром, который определенным образом накладывается на структуру. Применение такого контура в качестве секущей линии позволяет отказаться от процедуры подсчета средних чисел пересечений на секущих разного направления и от графического интегрирования, описанных в разделе 25. Подсчет числа пересечений вдоль линии контура непосредственно определяет значение числа m , усредненное для всех направлений секущих, которое можно подставить в формулу (14).

Для этого случая число точек пересечений m рассчитывается по формуле:

$$m = \frac{M}{L} \quad (43)$$

где M — общее число пересечений по всей длине L секущей кривой.

В качестве секущего линейного контура используют овал, составленный из двух арок циклоиды. Такой контур показан на рис. 19. Его графическое построение может быть выполнено по координатам точек контура, приведенным ниже

$\pm x$	0.00	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	0.90	1.00
$\pm y$	1.57	1.54	1.50	1.38	1.17	0.87	0.62	0.00

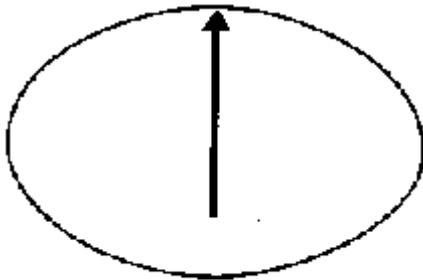


Рис. 19 - Секущий линейный контур, составленный из двух арок циклоиды. Периметр контура равен учетверенной длине его малой оси (А.Г. Спектор)

Периметр такого секущего контура (овала) равен учетверенной длине его малой оси. Контур может быть выполнен в виде окулярной вставки для непосредственного подсчета числа пересечений контура с линиями границ при визуальном наблюдении структуры. При помощи объект-микрометра измеряют длину малой оси овала и, умножив ее на четыре, получают длину секущего контура, приведенную к плоскости шлифа.

Контур можно выполнить также на прозрачном материале в виде накладного шаблона для измерений на микрофотографии или на матовом стекле камеры микроскопа.

Микроанализ структуры выполняют на продольном осевом сечении металла или сплава, структура которого имеет осевую симметрию (например, металла, полученного прокаткой, волочением, калибровкой). Контур накладывают на структуру многократно, причем положение его на структуре должно быть случайным и равномерно распре-

ленным по всей площади шлифа. Но направление контура должно быть строго определенным — направление малой оси контура, показанное стрелкой на рис.19, всегда должно совпадать с осью симметрии анализируемой системы поверхностей. Подсчет точек пересечений контура с граничными линиями ведут, начиная от точки, отмеченной острием стрелки, вдоль линии контура (обычно по движению часовой стрелки). Число наложений контура должно быть достаточным для получения общего числа точек пересечений, обеспечивающего необходимую точность и достоверность анализа. Это число находят по формуле (41).

Подсчитанное число точек относят к суммарной длине секущих контуров (произведение длины периметра контура на число его наложении на структуру) и получают среднее число пересечений m . Затем по второму основному соотношению (14) находят удельную поверхность ΣS .

27. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОЛНОСТЬЮ ОРИЕНТИРОВАННЫХ СИСТЕМ ПОВЕРХНОСТЕЙ МЕТОДОМ НАПРАВЛЕННЫХ СЕКУЩИХ

Поверхности полностью ориентированной системы в любой своей части и в целом параллельны оси или плоскости ориентации. В первом случае система имеет полностью линейную ориентацию, во втором — полностью плоскостную.

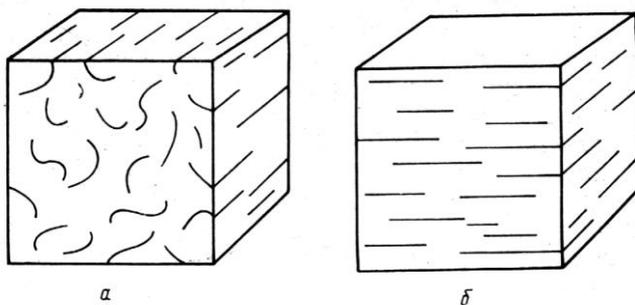


Рис. 20 - Схемы систем плоскостей, имеющих полную линейную (а) и полностью плоскостную (б) ориентации

На рис. 20,а схематически показана система поверхностей, параллельных горизонтальной оси ориентации, находящихся внутри кубического участка структуры с ребрами, равными 1 мм. На сечении, плоскость которого перпендикулярна к оси ориентации, мы видим следы поверхностей в виде случайно ориентированных линий (изометрическая система линий). На сечениях, плоскость которых параллельна оси ориентации, эти следы взаимно параллельны и параллельны этой оси.

Разделим рассматриваемый куб равноотстоящими сечениями, перпендикулярными к оси ориентации. Расстояние между сечениями Δ выбираем весьма малым, число таких сечений, очевидно, составит $1/\Delta=z$. Обозначим суммарную длину линий следов на каждом сечении через $\Sigma P_1, \Sigma P_2, \dots, \Sigma P_z$.

После преобразований окончательно получим:

$$\Sigma S = \Sigma P_{\perp} \text{ мм}^2/\text{мм}^3, \quad (44)$$

т. е. удельная поверхность полностью линейно ориентированной системы численно равна плотности линий следов поверхностей на шлифе, плоскость которого перпендикулярна к оси ориентации системы. Определив эту плотность методом случайных секущих по формуле (45),

$$\sum P = \frac{\pi}{2} m \text{ мм/мм}^2, \quad (45)$$

находим ΣS по формуле (44).

На рис. 20, б схематически показана система поверхностей, параллельных горизонтальной плоскости ориентации. На сечениях, перпендикулярных к плоскости ориентации, следы поверхностей системы наблюдаются в виде горизонтальных линий.

Удельную поверхность системы поверхностей, имеющих полностью плоскостную ориентацию, определяют равенством

$$\Sigma S = m_{\perp} \text{ мм}^2/\text{мм}^3, \quad (46)$$

где m_{\perp} - среднее число пересечений на секущих, перпендикулярных к плоскости ориентации.

Полностью ориентированные системы граничных поверхностей в металлических сплавах наблюдают сравнительно редко. Примерами их могут служить структуры отдельных зерен ориентированной стержневой или ориентированной пластинчатой эвтектики (эвтектоида). Почти полностью линейно ориентированы поверхности пластичных неметаллических включений прокате равноосного сечения, а в листовом прокате они имеют почти полную плоскостную ориентацию.

28. ПРИБЛИЖЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ И СТЕПЕНИ ОРИЕНТАЦИИ ОРИЕНТИРОВАННЫХ СИСТЕМ ПОВЕРХНОСТЕЙ МЕТОДОМ НАПРАВЛЕННЫХ СЕКУЩИХ (С. А. САЛТЫКОВ)

Точные методы определения удельной поверхности, рассмотренные выше, применимы к изометрическим системам поверхностей и к системам, обладающим пространственной осью симметрии, т. е. имеющим либо линейную, либо плоскостную ориентацию (см. рис. 5, б и в). Они неприменимы к системам поверхностей, имеющим плоскостно-линейную ориентацию; (см. рис. 5, г). Кроме того, определяя величину удельной поверхности, эти методы не позволяют оценить степень ориентации граничных поверхностей (линейной или плоскостной). Между тем степень ориентации граничных поверхностей обычно обусловлена процессом пластического деформирования и поэтому представляет большой интерес.

Рассматриваемый ниже метод позволяет определить не только величину удельной поверхности при всех трех основных видах ориентации поверхностей (см. рис. 5, б—г), но и степень ориентации поверхностей по видам ориентации. Хотя этот метод и не является строгим, точность получаемых результатов обычно вполне удовлетворяет требованиям практики стереометрического микроанализа.

Граничные поверхности ориентированных систем имеют преимущественную направленность в пространстве, будучи в какой-то части параллельными линии или плоскости ориентации (или и той, и другой вместе). Расчленим поверхности системы на весьма малые элементарные площадки, которые мы можем считать плоскими, сохраняя их пространственную ориентацию. Допускаем, что элементарные площадки реальной системы граничных поверхностей можно без остатка разделить на две или три группы, в первой из которых площадки ориентированы беспорядочно (изометрически), во второй группе они параллельны линии ориентации, а в третьей — параллельны плоскости ориентации (одна из двух последних групп может отсутствовать). На этом допущении и основан метод направленных секущих, который позволяет определять величину удель-

ной поверхности и степень ее линейной и плоскостной ориентации в пространстве.

ЛИНЕЙНО - ОРИЕНТИРОВАННАЯ СИСТЕМА ПОВЕРХНОСТЕЙ

В соответствии с исходными допущениями принимаем, что некоторая часть элементарных площадок расположена параллельно оси линейной ориентации, тогда как остальные площадки ориентированы в пространстве случайно, т. е. представляют собой изометрическую систему поверхностей. Рассмотрим структуру шлифа, плоскость которого совпадает с осью ориентации (продольный осевой шлиф прокатанного прутка, проволоки и т.п.).

Направим первую группу секущих прямых строго параллельно оси ориентации. Линейно ориентированные элементарные площадки также расположены параллельно этой оси, поэтому пересечение их секущими выбранного направления невозможно. Следовательно, такие линии пересекут лишь те площадки, которые составляют изометрическую долю поверхностей системы.

Обозначим среднее число пересечений на единице длины секущих, параллельных оси ориентации, через m_{\parallel} .

Вторую группу секущих на том же шлифе направим строго перпендикулярно к оси ориентации и обозначим среднее число пересечений на секущих этого направления через m_{\perp} . Отметим, что на поперечном шлифе, плоскость которого перпендикулярна к оси ориентации, среднее число пересечений на единице длины секущих также равно m_{\perp} , поскольку секущие второй группы являются радиальными линиями на поперечном шлифе.

Секущие второй группы пересекут элементарные площадки как изометрической, так и ориентированной доли граничных поверхностей системы.

В соответствии с приведенным ранее равенством (44) линейно ориентированная доля удельной поверхности равна

$$\sum S_{\text{лин}} = \frac{\pi}{2} (m_{\perp} - m_{\parallel}) \text{ мм}^2/\text{мм}^3 \quad (47)$$

Степень линейной ориентации поверхностей $\alpha_{\text{лин}}$ может быть вычислена как отношение линейно ориентированной доли удельной поверхности к ее суммарной величине, выраженное в процентах. Вычисление выполняют по формуле

$$\alpha_{\text{лин}} = \frac{100 \sum S_{\text{лин}}}{\sum S_{\text{лин}} + \sum S_{\text{из}}} = \frac{100(m_{\perp} - m_{\parallel})}{0,273m_{\perp} + m_{\parallel}} \% \quad (48)$$

ПЛОСКОСТНО ОРИЕНТИРОВАННАЯ СИСТЕМА ПОВЕРХНОСТЕЙ

Согласно сделанному нами допущению считаем, что в плоскостно ориентированной системе поверхностей часть элементарных площадок расположена параллельно плоскости ориентации, а остальные площадки ориентированы в пространстве беспорядочно, представляя собой изометрическую систему поверхностей. Такая ориентация граничных поверхностей типична для листового проката, имеющего равноосное зерно в сечениях, параллельных плоскости листа (см. рис. 5, 6). Рассмотрим структуру шлифа, плоскость которого перпендикулярна к плоскости листа (плоскости ориентации).

Первую группу секущих прямых располагаем параллельно плоскости ориентации, т.е. к плоскости листа. Поскольку ориентированные элементарные площадки расположены параллельно плоскости ориентации, они не могут пересекаться секущими первой

группы, также ей параллельными. Следовательно, такие секущие могут пересекать только те элементарные площадки, которые составляют изометрическую долю граничных поверхностей. Среднее число пересечений на единице длины секущих, параллельных плоскости ориентации, обозначим $m_{//}$.

Вторую группу секущих располагаем перпендикулярно к плоскости ориентации, обозначив среднее число пересечений на единице их длины m_{\perp} .

Учитывая эти допущения, общая величина удельной поверхности, слогаемая изометрической и ориентированной долями системы, равна:

$$\sum S = \sum S_{из} + \sum S_{пл} = m_{\perp} + m_{//} \text{ мм}^2/\text{мм}^3 \quad (49)$$

Степень плоскостной ориентации определяется как отношение плоскоотно ориентированной доли поверхностей к полной удельной поверхности, выраженное в процентах:

$$\alpha_{пл} = \frac{100(m_{\perp} - m_{//})}{m_{\perp} + m_{//}} \%, \quad (50)$$

ПЛОСКОСТНО-ЛИНЕЙНАЯ ОРИЕНТАЦИЯ ГРАНИЧНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

При плоскоотно-линейной ориентации (см. рис. 5, г) система поверхностей имеет плоскость ориентации и ось ориентации, параллельную этой плоскости. Подобная ориентация наблюдается в полосе или ленте, в которой зерна имеют плоскость параллельную плоскости полосы или ленты, однако не равноосны, а вытянуты в направлении их длины, являющейся одновременно осью ориентации.

Плоскостью ориентации являются плоскости полосы, ленты или листа.

В подобной системе поверхностей существуют три группы элементарных площадок: площадки первой группы параллельны как плоскости, так и оси ориентации; площадки второй группы параллельны только оси ориентации, образуя с плоскостью ориентации всевозможные углы, каждый из которых равновероятен; площадки третьей группы ориентированы в пространстве случайно, образуя изометрическую долю граничных поверхностей.

Получить полное количественное представление о пространственной структуре такой системы поверхностей по одному шлифу нельзя. Необходимы два шлифа, плоскости которых перпендикулярны к плоскости ориентации, т. е. к плоскости полосы, ленты или листа. Но плоскость первого шлифа, называемого продольным, параллельна оси ориентации (длине полосы, ленты или листа), а плоскость второго шлифа, называемого поперечным, перпендикулярна к той же оси.

Поскольку в рассматриваемой системе поверхностей имеются два вида ориентации, то для определения площади трех групп элементарных площадок в единице объема нужно отдельно определить средние числа пересечений с каждой из трех групп элементарных площадок, составляющих плоскоотно-линейную систему поверхностей.

На продольном шлифе проведем группу секущих прямых, параллельных плоскости ориентации (плоскости полосы), которые одновременно будут параллельны и оси ориентации, поскольку плоскость продольного шлифа также ей параллельна. Среднее число пересечений на единице длины таких секущих обозначим $m_{//}$.

Вторую группу секущих проводим также параллельно плоскости ориентации (плоскости полосы), но на поперечном шлифе, плоскость которого перпендикулярна к оси ориентации (к длине полосы). Среднее число пересечений на единице длины таких секущих обозначим m_{\perp} .

Третью группу секущих располагаем перпендикулярно к плоскости и к оси ориентации (т. е. к плоскости полосы), что можно выполнить на любом из двух шлифов — продольном или поперечном. Секущие третьей группы пересекут элементарные площадки всех видов ориентации, среднее число пересечений с которыми на единице длины секущих обозначим m_{\perp} .

Полную удельную поверхность найдем как сумму ее различно ориентированных долей.

$$\sum S = m_{\perp} + 0,429m_{\parallel} + 0,571m_{\perp} \text{ мм}^2/\text{мм}^3 \quad (51)$$

Степень ориентации каждого вида по отдельности находим как отношение соответствующей доли удельной поверхности к ее полной величине, определяемой равенством (51), выраженное в процентах.

29. ОРИЕНТАЦИОННАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ГРАНИЧНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

Число пересечений секущей прямой с граничными поверхностями на единице ее длины показывает плотность расположения этих поверхностей в направлении ориентации секущей. Как было показано выше, свойства металлов и сплавов в решающей степени обусловлены плотностью граничных поверхностей в единице их объема. Поэтому анизотропия свойств металлов и сплавов в той же степени определяется изменением плотности граничных поверхностей в зависимости от направления.

Наиболее наглядную характеристику изменения плотности расположения граничных поверхностей в зависимости от направления дает «роза числа пересечений m », которая показывает число пересечений на единице длины секущей прямой для ее любого направления на плоскости шлифа или в пространстве.

Экспериментальное построение розы числа пересечений для плоскости шлифа весьма несложно. На шлифе или на микрофотографии проводят группу параллельных секущих, образующих определенный угол β с осью ориентации, если ее направление определяется визуальным наблюдением или топографией плоскости шлифа. Так, например, на продольном шлифе прутка или проволоки ось ориентации совпадает с их геометрической осью. Определив среднее число пересечений в данном направлении m_{β} мм⁻¹, проводят следующую группу секущих, но уже в другом направлении и т. д.

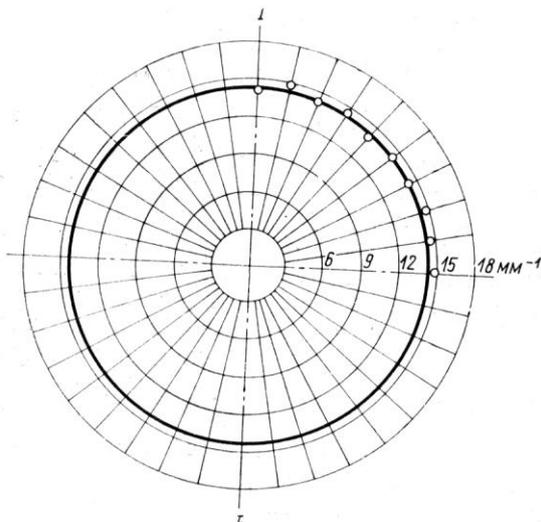


Рис. 21 - Роза числа пересечений изометрической системы граничных поверхностей феррита: I-I ось симметрии пространственной розы

Получив ряд средних чисел пересечений для многих направлений на плоскости строим розу числа пересечений в полярных координатах. Для этого из точки начала координат проводим радиусы-векторы, образующие с осью O—O такие же углы, какие образовывали отдельные группы секущих с осью ориентации. Длина каждого радиуса-вектора выражает в определенном масштабе средние числа пересечений для соответствующих направлений секущих. Затем концы

радиусов-векторов соединяют плавной кривой, которая и является розой числа пересечений.

Роза числа пересечений для полиэдрической структуры почти чистого железа с равноосным зерном феррита показана на рис. 21. Круговая форма розы показывает, что система линий границ феррита в плоскости шлифа действительно изометрична. Ясно, что при пространственно изометрических системах граничных поверхностей роза числа пересечений имеет форму сферы.

Совсем другую форму имеет роза числа пересечений, построенная аналогичным образом для системы линий границ зерен кремнистого феррита листовой трансформаторной стали на шлифе, плоскость которого перпендикулярна к плоскости листа и параллельна направлению прокатки (длине листа). В этом случае ось $O-O$ полярных координат совпадает с плоскостью листа. Показанная на рис. 22 роза числа пересечений имеет один максимум в направлении, перпендикулярном к плоскости ориентации (к плоскости листа), и один минимум в направлении, совпадающем с плоскостью ориентации. Поскольку в данном случае ось симметрии структуры перпендикулярна к плоскости ориентации (см. рис. 18, а), пространственную розу числа пересечений получаем, вращая розу вокруг ее вертикальной оси, т. е. вокруг оси симметрии структуры.

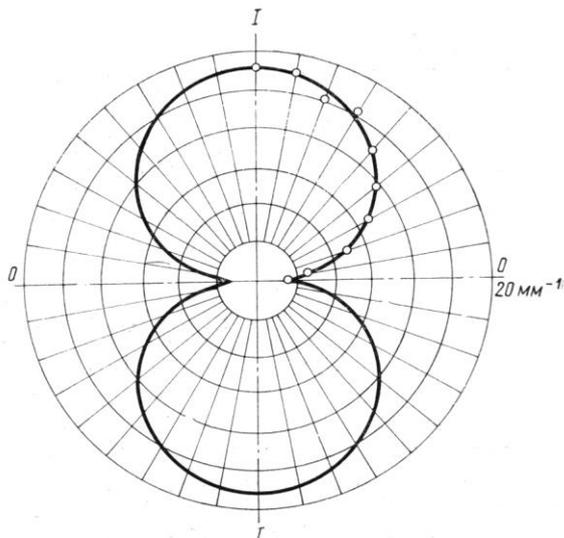


Рис. 22 - Роза числа пересечений граничных поверхностей кремнистого феррита листовой трансформаторной стали: $O-O$ - плоскость ориентации (перпендикулярна к плоскости рисунка); $I-I$ - ось симметрии структуры и пространственной розы

Для изометрической доли граничной поверхности роза числа пересечений представляет сферу с центром в начале полярных координат, радиус которой равен среднему числу пересечений секущих с изометрической долей поверхностей — в данном случае оно равно m_{\parallel} . Для полностью ориентированной параллельно плоскости ориентации доли граничных поверхностей роза числа пересечений изображается двумя сферами, соприкасающимися друг с другом в точке начала координат. Диаметр сфер равен среднему числу пересечений на секущих, перпендикулярных к плоскости ориентации, в данном случае оно равно разности $m_{\perp} - m_{\parallel}$.

30. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ФАЗ СПЛАВА И УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

Относительной удельной поверхностью фазы сплава называют суммарную площадь поверхности ее микрочастиц, отнесенную к суммарному объему этих микрочастиц (в отличие от абсолютной удельной поверхности, которая равна суммарной площади поверхности микрочастиц, отнесенной к единице объема сплава). Поэтому для опреде-

ления относительной удельной поверхности фазы следовало бы экспериментально найти удельную поверхность этой фазы в единице объема сплава ΣS_{α} и объемную долю фазы в единице объема сплава ΣV_{α} . Отношение первой величины ко второй определило бы относительную удельную поверхность фазы S_{α} .

Такой подход к определению относительной удельной поверхности фазы, однако, нецелесообразен, так как при измерении удельной поверхности методом случайных секущих и доли объема фазы точечным или линейным методом измеряют различные микрочастицы этой фазы, что снижает точность полученного результата. Проще и точнее описанная ниже методика непосредственного определения относительной удельной поверхности фазы путем комбинированного одновременного использования вышеупомянутых методов, так как в этом случае измерения обоих параметров выполняют на одних и тех же микрочастицах. При этом величину удельной поверхности измеряют методом случайных секущих, а одновременное измерение доли объема можно производить либо точечным методом, либо линейным.

ИЗМЕРЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ МЕТОДОМ СЛУЧАЙНЫХ СЕКУЩИХ В КОМБИНАЦИИ С ТОЧЕЧНЫМ МЕТОДОМ

Структуру наблюдают в окуляр с квадратной сеткой. Используемое увеличение должно быть тем большим, чем дисперснее фаза. Схема наложения квадратной сетки на структуру показана на рис. 23. Горизонтальные и вертикальные линии окулярной сетки мы рассматриваем как случайные секущие линии. Они пересекают поверхности микрочастиц данной фазы в ряде точек, которые обозначены на рис. 23 светлыми кружками. Число таких точек, отнесенное к единице длины секущих прямых, определяется, как известно, суммарной поверхностью микрочастиц фазы в единице объема сплава ΣS_{α} . Применяя вторую основную формулу (14), получаем суммарную поверхность микрочастиц фазы α в единице объема сплава:

$$\sum S_{\alpha} = 2 \frac{z}{L} \text{ мм}^2/\text{мм}^3, \quad (52)$$

где L — суммарная длина линий окулярной сетки, приведенная к плоскости шлифа, мм;

z — число точек пересечений секущих линий окулярной сетки с поверхностями микрочастиц фазы α .

В том же поле зрения узловые точки окулярной сетки частично попадают на площади сечений микрочастиц фазы α . На рис. 23 эти точки показаны черными кружками. Относительное число узловых точек, попавших на сечения микрочастиц фазы α , определяется, как известно, объемной долей этой фазы в сплаве ΣV_{α} . Поэтому суммарный объем микрочастиц фазы α в единице объема сплава определим первой основной формулой (20):

$$\sum V_{\alpha} = \frac{x}{X} \text{ мм}^3/\text{мм}^3 \quad (53)$$

где X — общее число узловых точек квадратной сетки окуляра;

x — число узловых точек сетки, попавших на площади сечений микрочастиц фазы α в одном поле зрения.

В соответствии с определением понятия относительной удельной поверхности фазы величину ее находят как отношение ΣS_{α} к ΣV_{α} , т.е.:

$$S_{\alpha} = \frac{\sum S_{\alpha}}{\sum V_{\alpha}} = \frac{2X}{L} \frac{z}{x} \text{ мм}^2/\text{мм}^3 \quad (54)$$

В равенстве (54) величина $2X/L$ — постоянный коэффициент при данных условиях анализа, который определяется увеличением микроскопа, размерами и числом ячеек квадратной сетки окуляра. Этот коэффициент следует вычислить заранее, измерив длину линий окулярной сетки объект-микрометром. Величины z и x могут сильно различаться в разных полях зрения из-за неравномерности расположения микрочастиц фазы α в объеме сплава, но отношение этих величин, входящее в формулу (54), намного стабильнее и является статистически постоянным.



Рис. 23 - Схема определения относительной удельной поверхности методом случайных секущих в комбинации с точечным методом.

Подсчет точек обеих групп, характеризующих величину поверхности фазы (светлые кружки на рис. 23) и ее относительный объем (черные кружки на рис. 23), ведут параллельно, в одних и тех же полях зрения, на одних и тех же сечениях микрочастиц фазы α . Этим обеспечивается более высокая точность определения относительной удельной поверхности S_{α} , чем при раздельном определении значений $\sum S_{\alpha}$ и $\sum V_{\alpha}$.

ИЗМЕРЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ МЕТОДОМ СЛУЧАЙНЫХ СЕКУЩИХ В КОМБИНАЦИИ С ЛИНЕЙНЫМ МЕТОДОМ

На видимой в микроскоп структуре проводят ряд секущих прямых, как показано на рис. 24. Они могут отстоять друг от друга на разном расстоянии и не быть параллельными. Пересекая микрочастицы фазы α , секущие образуют ряд точек пересечений с поверхностями микрочастиц (обозначены на рисунке кружками) и ряд хорд, выделенных на рисунке жирными линиями.

Обозначим суммарную длину секущих прямых через L , число полученных на этой длине хорд (отрезков) через z и их среднюю длину - через \bar{h} .

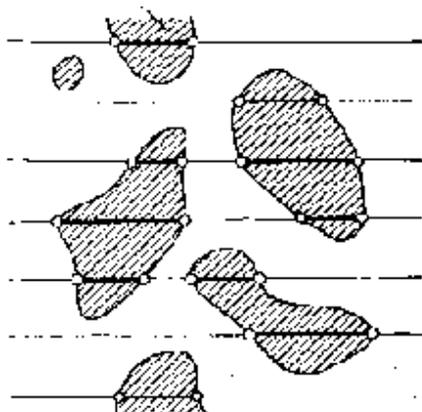


Рис. 24 - Схема определения относительной удельной поверхности методом случайных секущих в комбинации с линейным методом.

В результате простых преобразований получаем искомую величину относительной удельной поверхности фазы α :

$$S_{\alpha} = \frac{\sum S_{\alpha}}{\sum V_{\alpha}} = \frac{4}{h} \text{ мм}^2/\text{мм}^3 \quad (55)$$

Из формулы (55) следует, что относительная удельная поверхность фазы однозначно определяется величиной средней хорды, получаемой при многократном пересечении микрочастиц данной фазы случайными секущими.

При определении относительной удельной поверхности фазы с помощью обычного микроскопа используют окуляр с линейкой. Увеличение должно быть большим, чтобы средняя длина хорды равнялась, по меньшей мере, десяти делениям линейки. Перемещая шлиф, измеряют и регистрируют длины и число хорд, чтобы найти среднюю величину хорды. Как следует из равенства (55), нет необходимости измерять общую длину секущих прямых L . Точность полученного результата обусловлена числом хорд, измеренных в процессе выполнения анализа.

ИЗМЕРЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОРОШКОВ

Оба метода, которые описаны выше, пригодны для измерения удельной поверхности металлических и других порошков. Эта величина является важнейшей характеристикой порошковых материалов и представляет отношение суммарной поверхности частиц порошка к их суммарному объему (удельная поверхность по объему S_V). Зная плотность металла порошка, ее можно пересчитать на удельную поверхность по массе S_G .

Величина удельной поверхности порошка является универсальным, не зависящим от формы частиц порошка, показателем его дисперсности. Эта величина непосредственно связана с числом наиболее активных атомов поверхности частиц и поверхностной энергией, которые определяют спекаемость порошков, характеризуют их коррозионную стойкость, содержание адсорбированных газов, работу дробления порошка и другие свойства. Согласно определению, удельная поверхность порошка аналогична относительной удельной поверхности фазы компактного сплава. Для получения случайных сечений частиц порошка, к которым можно применить формулы (54) и (55), необходимо изготовить псевдосплав и его микрошлиф.

Металлический порошок смешивают с порошком твердеющей пластмассы, типа зубоортопедических пластмасс АСТ-Т, протакрил и др.

После полного затвердевания пластмассы изготавливают микрошлиф обычным методом.

Удельную поверхность порошка по объему S_V определяют одним из двух методов, описанных выше, т. е. по схеме рис. 23 и 24.

Часто дисперсность металлических порошков оценивают величиной поверхности частиц, отнесенной к единице массы порошка, т. е. удельной поверхностью по массе S_G м²/г. Переход от одной оценки к другой легко выполнить, пользуясь формулой:

$$S_G = \frac{S_V}{1000\gamma} \text{ м}^2/\text{г} \quad (56)$$

где γ — плотность металла порошка, г/см³;
 S_G —удельная поверхность порошка по массе, м²/г.

VII. ПЛОТНОСТЬ ЛИНЕЙНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ СТРУКТУРЫ В ОБЪЕМЕ СПЛАВА

31. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ЛИНЕЙНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ СТРУКТУРЫ В ОБЪЕМЕ СПЛАВА МЕТОДОМ СЛУЧАЙНЫХ СЕКУЩИХ ПЛОСКОСТЕЙ (С.А. САЛТЫКОВ)

Под плотностью линейных элементов понимают их суммарную длину в единице объема сплава (например, плотность дислокаций). Третье основное стереометрическое соотношение (15) устанавливает простую, математически строгую зависимость между плотностью линейных элементов в единице объема ΣL , мм/мм³ и средним числом следов этих элементов на единице площади случайной секущей плоскости M мм²:

$$\Sigma L = 2M \text{ мм}/\text{мм}^3$$

Если анализ выполняют по одному шлифу, формула (15) применима только к изометрическим системам линий. Если же линии системы имеют пространственную ориентацию, формула (15) также действительна, но при условии, что среднее число точек следов линий M подсчитано по многим секущим плоскостям, ориентированным в пространстве случайным образом.

Рассмотрим однофазную полиэдрическую структуру, показанную на рис. 25, которая пространственно изометрична. Поскольку структура не имеет пространственной ориентации, линии ребер полиэдров представляют собой пространственно изометрическую систему линий. Следом линии ребра полиэдра на плоскости шлифа является точка стыка трех граничных линий (стрелка на рис. 25). Внутри очерченного на рисунке квадрата таких точек стыков 17. Площадь квадрата определяют, измерив при помощи объект-микрометра длину его стороны, приведенную к плоскости шлифа. Отношение числа точек следов к площади, на которой они находятся, дает среднее число точек на единице площади шлифа M , по которому в соответствии с формулой (15) находим плотность линий ребер в единице объема металла

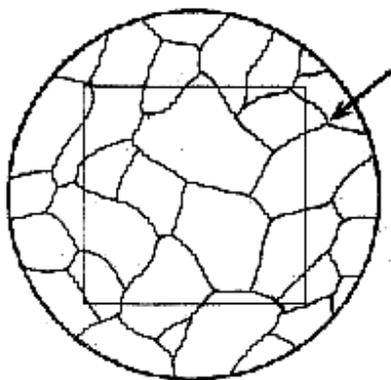


Рис. 25 - Схема подсчета числа узловых точек, являющихся следами ребер полиэдров, на единице площади шлифа M

Увеличение микроскопа подбирают так (в зависимости от анализируемой структуры), чтобы число точек следов, попадающих внутрь квадрата, в котором ведут под-

счет, не превышало 10—15.

Точки следов дислокационных линий на плоскости шлифа выявляются ямками травления. Поэтому по числу ямок травления на единице площади шлифа можно определить плотность дислокационных линий в объеме металла. Однако при этом нельзя забывать принятое при выводе формулы (15) условие: все направления пересекаемых дислокационных линий относительно плоскости шлифа должны быть равновероятными. Это требование выполняется при анализе поликристаллического металла, при подсчете ямок травления на площади многих кристаллитов, решетки которых случайно ориентированы относительно плоскости шлифа. Но при анализе монокристаллов требование равновероятности любого угла встречи дислокационных линий с плоскостью шлифа не выполняется и использование формулы (15) приведет к ошибочному результату.

Относительная погрешность найденной плотности линий системы определяется погрешностью нахождения среднего числа точек следов на единице площади шлифа M . Относительную ошибку определения M и плотности линий ΣL можно вычислить по формуле:

$$\varepsilon_{\text{отн}} = \frac{Kt}{\sqrt{z}} 100\%, \quad (57)$$

в которой t - нормированное отклонение;

z - число точек следов линий на шлифе, подсчитанных при выполнении анализа;

K - коэффициент, близкий к единице.

Нормированное отклонение выбирают в зависимости от требуемой доверительной вероятности P результата анализа.

Точность и достоверность результата анализа проверяют по формуле (57) в зависимости от общего числа точек пересечений секущих с линиями проекционного изображения.

32. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ И СТЕПЕНИ ОРИЕНТАЦИИ ЛИНЕЙНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ СТРУКТУРЫ В ОБЪЕМЕ СПЛАВА МЕТОДОМ НАПРАВЛЕННЫХ СЕКУЩИХ ПЛОСКОСТЕЙ (С. А. САЛТЫКОВ)

Выше рассмотрено определение плотности линейных элементов в объеме сплава при условии, что они изометричны, т. е. не имеют никакой преимущественной направленности в объеме сплава. На практике, однако, часто встречаются системы линейных элементов, имеющих частичную или полную ориентацию в пространстве. Например, если граничные поверхности однофазной полиэдрической структуры получили пространственную ориентацию в результате пластической деформации, то и линии ребер полиэдров также приобретают частичную пространственную ориентацию, степень которой зависит от степени деформации металла. Волокна пластичных неметаллических включений в проволоке или в прутке представляют практически полностью ориентированную систему линий, параллельных оси проволоки или прутка.

Рассмотрим зависимости между плотностью ориентированных линий и их следов на секущей плоскости для двух основных видов пространственной ориентации — линейной и плоскостной.

В системе линий полностью ориентированных линейно все линии системы параллельны между собой и параллельны оси ориентации. Примером такой системы линий могут служить нитевидные неметаллические включения, которые в проволоке или в прутке представляют группу почти точно прямолинейных волокон различной длины, параллельных линии ориентации, которой является осевая линия проволоки или прутка.

Тогда суммарная длина всех отрезков нитевидных включений в единице объема проволоки будет равна:

$$\Sigma L_{\text{лин}} = M_{\perp} \text{ мм/мм}^3 \quad (59)$$

Следовательно, плотность системы линий, имеющих полную линейную ориентацию в пространстве, равна среднему числу точек следов этих линий на единице площади секущей плоскости, направленной перпендикулярно к оси ориентации.

На поперечных шлифах, расположенных по длине прутка или проволоки, среднее число пересечений с нитевидными неметаллическими включениями (или с другими линейными элементами структуры), приходящееся на единицу площади шлифа, является статистически постоянной величиной. Поэтому, определив по одному или по нескольким поперечным шлифам среднее число сечений неметаллических нитевидных включений на 1 мм^2 шлифа M_{\perp} , находим по формуле (59) их суммарную протяженность в единице объема металла.

В системе линий полностью плоскостно-ориентированных все линии параллельны данной плоскости - плоскости ориентации. Но проекции этих линий на плоскость ориентации направлены случайно, т. е. являются изометрической системой линий.

Для этого случая получим:

$$\sum L_{\text{пл}} = \frac{\pi}{2} M_{\perp} \text{ мм/мм}^3, \quad (60)$$

т. е. суммарная протяженность линий полностью плоскостно-ориентированной системы линий $\Sigma L_{\text{пл}}$ равна числу следов линий на единице площади шлифа, плоскость которого перпендикулярна к плоскости ориентации, умноженному на коэффициент $\pi/2$.

Таким образом, нами получены два равенства (59) и (60), по которым можно определить плотность линейных элементов структуры в системах линий, полностью ориентированных параллельно линии ориентации или плоскости ориентации. Рассмотрим методы определения плотности линейных элементов и степени их ориентации, если система линий имеет частичную линейную или плоскостную ориентацию. При этом будем исходить из допущения, что частично ориентированная система линий может быть разделена на две доли, из которых одна изометрична, а вторая полностью ориентирована либо линейно, либо плоскостно.

ЧАСТИЧНО ЛИНЕЙНО ОРИЕНТИРОВАННАЯ СИСТЕМА ЛИНИИ

Представим систему линий ребер полиэдров однофазной структуры холоднотянутой проволоки, как пример частично линейно ориентированной системы линий, осью ориентации которых является осевая линия проволоки.

Поперечное сечение проволоки пересекает ориентированные и изометрично расположенные линии системы, а продольное - только изометрично расположенные

линии (поскольку ориентированные линии параллельны этой плоскости и не могут быть ею пересечены). Поэтому среднее число следов ребер полиэдров на продольной плоскости, проходящей через осевую линию проволоки, обозначим \mathbf{M}_{\parallel} .

На поперечном шлифе, плоскость которого перпендикулярна к оси проволоки, среднее число пересечений только с полностью линейно ориентированными линиями системы определится разностью $\mathbf{M}_{\perp} - \mathbf{M}_{\parallel}$.

Полную длину линий системы в единице объема проволоки, т. е. плотность линий, имеющих частичную ориентацию, определим равенством:

$$\Sigma L = \mathbf{M}_{\perp} + \mathbf{M}_{\parallel} \text{ мм/мм}^3 \quad (61)$$

Степень линейной ориентации линий системы находим как отношение линейно ориентированной доли линий к полной плотности их, определяемой равенством (61):

$$\alpha_{\text{лин}} = \frac{\sum L_{\text{лин}}}{\sum L} 100\% = \frac{\mathbf{M}_{\perp} - \mathbf{M}_{\parallel}}{\mathbf{M}_{\perp} + \mathbf{M}_{\parallel}} 100\%. \quad (62)$$

ЧАСТИЧНО ПЛОСКОСТНО-ОРИЕНТИРОВАННАЯ СИСТЕМА ЛИНИИ

В качестве системы линий с частичной плоскостной ориентацией рассмотрим линии ребер полиэдров однофазного металла после холодной листовой прокатки. В такой структуре линии ребер полиэдров преимущественно параллельны плоскости листа, которая и является плоскостью ориентации линий системы.

Плоскость шлифа, параллельная плоскости листа, пересечет только линии изометрической доли системы, но не пересечет ориентированные линии, поскольку они параллельны плоскости такого шлифа. Следовательно, среднее число следов линий ребер полиэдров на единице площади шлифа, параллельного плоскости листа \mathbf{M}_{\parallel} .

На шлифе, плоскость которого перпендикулярна к плоскости листа, будут наблюдаться следы линий ребер полиэдров как ориентированной, так и изометрической долей линий. Только ориентированным параллельно плоскости листа линиям принадлежат следы, число которых обусловлено разностью $\mathbf{M}_{\perp} - \mathbf{M}_{\parallel}$.

Полная плотность линий ребер рассматриваемой частично плоскостно-ориентированной системы равна

$$\Sigma L = 1,57\mathbf{M}_{\perp} + 0,43 \mathbf{M}_{\parallel} \text{ мм/мм}^3 \quad (63)$$

Степень плоскостной ориентации линий системы находим как отношение плоскостно-ориентированной доли линий к полной плотности их, выраженное в процентах

$$\alpha_{\text{нл}} = \frac{\sum L_{\text{нл}}}{\sum L} 100\% = \frac{\mathbf{M}_{\perp} - \mathbf{M}_{\parallel}}{\mathbf{M}_{\perp} + 0,274\mathbf{M}_{\parallel}} 100\% \quad (64)$$

При пользовании формулами (59)—(64) следует помнить, что \mathbf{M}_{\parallel} — среднее число точек следов линий на единице площади шлифа, плоскость которого параллельна оси или плоскости ориентации, а \mathbf{M}_{\perp} — среднее число точек следов на единице площади шлифа, плоскость которого перпендикулярна к оси или плоскости ориентации.

Сделанное выше допущение о том, что любую систему ориентированных линий можно разделить на изометрическую и полностью ориентированную доли не является строгим, поэтому методы определения плотности и степени ориентации частично ориентированных систем линий являются приближенными. Это не относится к методам определения плотности полностью ориентированных систем линий, так как формулы (69) и (70) являются математически строгими.

VIII. ЧИСЛО МИКРОЧАСТИЦ В ЕДИНИЦЕ ОБЪЕМА СПЛАВА И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ ПО РАЗМЕРАМ

33. СЕЧЕНИЯ МИКРОЧАСТИЦ СЛУЧАЙНОЙ ПЛОСКОСТЬЮ ИЛИ ЛИНИЕЙ И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЧЕНИЙ ПО РАЗМЕРАМ

Если в структуре сплава отсутствует транскристаллизация, и он не был пластически деформирован, микрочастицы в объеме сплава расположены и ориентированы случайным образом. На плоскости шлифа, пересекающей сплав, образуются случайные сечения его микрочастиц. При пересечении этой плоскостью микрочастицы, форма которой выпукла, может быть получено только одно сечение.

Число сечений выпуклых микрочастиц на единице площади шлифа определяется четвертым основным стереометрическим соотношением (18), согласно которому

$$n = N \bar{H} \text{ мм}^{-2},$$

где n — число сечений микрочастиц на 1 мм^2 площади шлифа;

N — число микрочастиц в 1 мм^3 объема сплава;

\bar{H} — средняя высота микрочастиц, мм (см. раздел II).

Из величин, входящих в это соотношение, мы можем определить экспериментально только число n , что недостаточно для нахождения интересующего нас числа микрочастиц в единице объема сплава N . Поэтому требуется дополнительная информация для определения числа N и данных о распределении микрочастиц по их размерам.

Одним из видов дополнительной информации является распределение сечений микрочастиц, наблюдаемых на шлифе, по их размерам - площади или диаметру (если микрочастицы имеют шаровидную или близкую к ней форму). Другим видом такой информации может служить распределение длин случайных хорд, которые получаются при пересечении микрочастиц сплава случайной прямолинейной секущей, которую проводят на плоскости шлифа.

Таким образом, для оценки размеров сечений микрочастиц можно выбрать распределение величин одного из трех следующих параметров, измеренных на шлифе: а) площади сечений микрочастиц на шлифе; б) длины случайных хорд, получаемых при пересечении микрочастиц случайной прямолинейной секущей. в) диаметров сечений шаровидных микрочастиц. Первые два параметра (площади сечений и длины хорд) являются универсальными, так как их можно применять для оценки размеров сечений микрочастиц любой формы, тогда как третий параметр (диаметры сечений) может быть использован для оценки сечений только шаровидных микрочастиц или близких к ним по форме. Однако поскольку измерение диаметров сечений намного проще измерения площадей сечений, распределение диаметров предпочтительнее при условии, что форма микрочастиц позволяет оценить их сечения величиной диаметра.

Для распределения сечений микрочастиц по размерам предварительно устанавливают ряд размерных интервалов или групп. Практика стереометрической металлографии показала, что для получения правильного распределения размеров микрочастиц число размерных групп не должно быть меньше 7. Кроме того, используя только одно увеличение микроскопа, трудно распределить сечения на группы, если число их превышает 12. Поэтому принято устанавливать число размерных групп в пределах от 7 до 12.

Путем предварительного просмотра шлифа устанавливают наибольший диаметр или наибольшую площадь сечений, наблюдаемых на шлифе. Исходя из этих величин,

устанавливают размерные интервалы диаметров или площадей сечений, а также число размерных групп.

Увеличение микроскопа подбирают таким образом, чтобы диаметр наибольших сечений был равен целому числу делений линейки окуляра в пределах от 7 до 12. Если, например, диаметр наибольших сечений равен 10 делениям линейки, число групп принимают равным 10. Отношение диаметра наибольших частиц к числу групп называется ценой разбивки. Поэтому при разбивке на 10 групп цена разбивки равна одному делению линейки окуляр-микрометра и размерные интервалы получаются равными: 0—1, 1—2, 2—3, ..., 8—9, 9—10. Измерение диаметров сечений шаровидных микрочастиц выполняют по схеме, показанной на рис. 13.

Некоторые методы расчета числа микрочастиц и распределения их по размерам требуют исходной информации, в которой сечения микрочастиц распределены не по арифметическому ряду, а по размерным интервалам, построенным по геометрическому ряду. В этом случае размер сечений каждой последующей группы получают умножением размера сечений предыдущей группы на постоянный множитель—знаменатель прогрессии. Например, если знаменатель прогрессии равен 2, получаем следующие размерные интервалы по группам: 1—2, 2—4, 4—8 и т. д. Этот ряд может быть как возрастающим, так и убывающим (если знаменатель прогрессии меньше единицы). Например, стандартную величину зерна определяют по шкале, в которой площадь зерна представляет убывающую прогрессию со знаменателем, равным 0,5, тогда как стандартная шкала чисел зерен на 1 мм² площади шлифа построена как возрастающая прогрессия со знаменателем, равным 2.

При разбивке сечений на размерные группы, построенные по геометрическому ряду, удобнее пользоваться убывающими рядами, поскольку сечения наибольшего размера, встречающиеся на шлифе легко определить предварительным осмотром. Умножая наибольший размер сечений на знаменатель убывающей прогрессии, определяют размерные интервалы последующих групп.

Перейдем к рассмотрению третьего, после диаметра и площади сечения, параметра, распределение размеров которого позволяет рассчитывать число микрочастиц в объеме сплава и распределение их по размерам. Как показывает рис. 26, пересечение структуры прямолинейной секущей создает внутри микрочастиц отрезки этой секущей — случайные хорды. Мы можем легко измерить эти хорды, сгруппировать их по длине и определить число хорд каждой размерной группы на единице длины секущих прямых. Таким образом, получаем распределение случайных хорд по длине, которое и служит исходной информацией для расчета числа микрочастиц в единице объема и распределения их по размерам. Порядок измерения длин хорд при визуальном наблюдении структуры описан ранее

Наибольший размер хорды устанавливают предварительным осмотром площади шлифа, по форме и размеру наибольших наблюдаемых сечений микрочастиц. Исходя из этого размера, определяют размерные интервалы групп и число групп разбивки так же, как это описано для величин диаметров сечений микрочастиц.

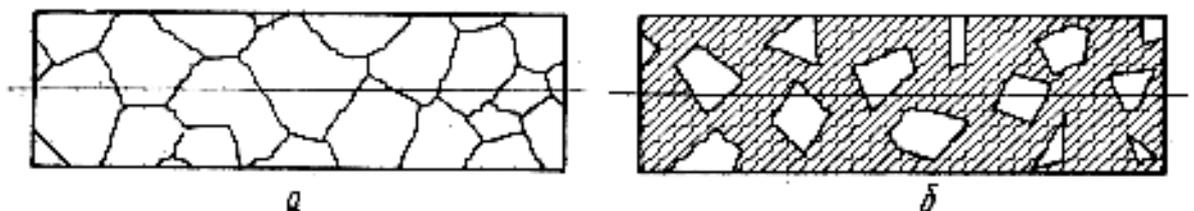


Рис. 26 Образование хорд при пересечении граничных поверхностей однофазной (а) и двухфазной (б) структур случайной секущей прямой

Как видно из рис.26, в однофазной полиэдрической структуре число хорд на единице длины секущей прямой равно числу точек ее пересечений с поверхностями микрочастиц. Отсюда ясно, что общее число хорд всех размеров на единице длины случайных секущих полностью определяется удельной поверхностью полиэдров ΣS в соответствии со вторым основным стереометрическим соотношением (14):

$$z_h = 0.5 \Sigma S \text{ мм}^{-1}, \quad (65)$$

где z_h — общее число хорд на 1 мм длины секущих.

В двухфазной структуре (рис. 26) число хорд всех размеров на единице длины секущих прямых вдвое меньше числа точек пересечений m , если сечения микрочастиц не соприкасаются между собой.

34. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ЧИСЛА ШАРОВИДНЫХ МИКРОЧАСТИЦ В ОБЪЕМЕ СПЛАВА МЕТОДОМ ОБРАТНЫХ ДИАМЕТРОВ (С. А. САЛТЫКОВ)

Выведенное ранее пятое основное соотношение (19) устанавливает простую и математически строгую зависимость между числом шаровидных микрочастиц в единице объема сплава N и суммой обратных диаметров сечений микрочастиц на единице площади:

$$N = \frac{2}{\pi} \left(\overline{1/d} \right) \cdot n \text{ мм}^{-3},$$

где $\overline{1/d}$ - среднее значение величин, обратных диаметрам сечений микрочастиц на шлифе, мм^{-1} ;

n — число сечений микрочастиц на 1 мм^2 площади шлифа.

В отличие от методов, рассматриваемых далее, метод обратных диаметров позволяет определить только общее число шаровидных микрочастиц в единице объема сплава, но не распределение их по размерам. Преимуществом метода является простота определения, малая трудоемкость и строгость методики.

Для получения надежного результата необходимо повторить измерения в ряде полей зрения, равномерно распределенных по площади шлифа, чтобы общее число измеренных сечений микрочастиц составило примерно 150—200.

Практически измерение диаметров сечений микрочастиц удобно выполнять по схеме, показанной на рис. 13. Структуру наблюдают в окуляр с линейкой. Шлиф перемещают в направлении, перпендикулярном к линейке, одновременно фиксируя диаметры сечений, проходящих через диаметральной линии линейки. Должны быть измерены все сечения, центры которых проходят в пределах длины линейки. Зная цену деления линейки окуляра, переводят величины диаметров сечений, измеренные в делениях шлифа, в миллиметры.

Площадь шлифа, рассмотренную при анализе, определяют как произведение длины линейки, приведенной к плоскости шлифа, на путь перемещения шлифа, зафиксированный микрометрическим винтом столика микроскопа. Дальнейший расчет числа N понятен.

35. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСЛА ШАРОВИДНЫХ МИКРОЧАСТИЦ В ОБЪЕМЕ СПЛАВА И ПАРАМЕТРОВ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИХ РАЗМЕРОВ (ДИАМЕТРОВ) ПО АРИФМЕТИЧЕСКОМУ РЯДУ (Э. ШАЙЛЬ)

В любой реальной системе шаровидных микрочастиц диаметры их изменяются непрерывно. Но для осуществления расчета числа микрочастиц в единице объема и распределения их по размерам приходится исходить из допущения, что диаметры микрочастиц изменяются прерывисто (или дискретно). Пусть диаметр наибольших микрочастиц в данной системе равен $D_k = k\Delta$. Тогда принимаем, что в этой системе существуют только микрочастицы, диаметры которых равны $\Delta, 2\Delta, 3\Delta, \dots, k\Delta$, но нет микрочастиц, диаметры которых имеют какие-либо промежуточные значения.

Такое допущение вполне правомерно, если принятое число размерных групп k достаточно велико. Обычные числа групп разбивки диаметров микрочастиц составляют 8-12. Отношение диаметра наибольших микрочастиц в системе D_k к числу групп разбивки k называют ценой или шагом разбивки Δ .

На случайной плоскости, пересекающей систему шаровидных микрочастиц, получают их сечения, диаметры которых могут изменяться в пределах от нуля до D_k . Второе допущение, которое мы делаем, заключается в том, что диаметры наибольших сечений микрочастиц, наблюдаемых на шлифе, принимаем за действительный диаметр наибольших микрочастиц, имеющих в данной системе D_k .

Ознакомимся с принципом последовательного расчета числа микрочастиц каждой размерной группы по методу Шайля на конкретном примере, когда число размерных групп равно 10, а диаметр наибольших микрочастиц равен D_{10} . Тогда микрочастицы первой размерной группы имеют диаметр, равный $0,1 D_{10}$, второй $0,2 D_{10}$, третий $0,3 D_{10}$ и т.д., а последней, 10-й группы, D_{10} . Число микрочастиц каждой размерной группы в 1 мм^3 сплава соответственно обозначим $N_1, N_2, N_3, \dots, N_{10}$.

Сечения микрочастиц, полученные на плоскости шлифа, также делят на 10 размерных групп. В первую группу войдут сечения диаметром от нуля до $0,1 D_{10}$, во вторую—от $0,1 D_{10}$ до $0,2 D_{10}$, в третью—от $0,2 D_{10}$ до $0,3 D_{10}$ и т.д., а сечения последней, 10-й, группы, будут иметь диаметры от $0,9 D_{10}$ до D_{10} . Число сечений каждой размерной группы на 1 мм^2 шлифа обозначаем соответственно $n_1, n_2, n_3, \dots, n_{10}$.

Ясно, что все сечения последней размерной группы могут принадлежать только микрочастицам наибольшего размера 10-й группы. Для того чтобы микрочастицы, имеющие диаметр D_{10} , образовали на плоскости шлифа сечения диаметром от $0,9 D_{10}$ до D_{10} , центры этих микрочастиц должны находиться от плоскости шлифа на расстоянии от нуля до h .

Определив число микрочастиц наибольшего размера, можно легко рассчитать числа сечений в группах от 1-й до 9-й включительно, которые принадлежат наибольшим микрочастицам. Исключим из числа сечений 9-й группы те, которые принадлежат микрочастицам наибольшего размера) т. е. 10-й группы. Очевидно, что оставшееся число сечений 9-й группы может принадлежать только микрочастицам 9-й группы, диаметр которых равен $0,9 D_{10}$. Рассуждая так же, как и ранее, можно вычислить число микрочастиц 9-й группы и последовательно числа микрочастиц всех остальных размерных групп.

36. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСЛА ШАРОВИДНЫХ МИКРОЧАСТИЦ В ОБЪЕМЕ СПЛАВА И ПАРАМЕТРОВ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИХ РАЗМЕРОВ (ДИАМЕТРОВ) МЕТОДОМ УКРУПНЕННЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ (С. А. САЛТЫКОВ)

При изучении количественных закономерностей, связывающих показатели свойств металлов и сплавов или параметры технологических процессов их обработки с размерами и числом микрочастиц, приходится оперировать не с таблицами или графиками распределения микрочастиц по размерам, а с определенными количественными значениями параметров распределения - средним диаметром микрочастиц, средним квадратичным отклонением диаметра или коэффициентом вариации, числом микрочастиц в единице объема и др. Для получения перечисленных показателей распределения микрочастиц нет необходимости строить, статистическую кривую распределения микрочастиц по размерам при помощи методов, описанных выше. Эти показатели можно получить значительно проще и с меньшей затратой труда, если известен вид функции распределения шаровидных микрочастиц по величине диаметра.

Ранее было показано, что распределение диаметров шаровидных микрочастиц самых различных по составу и происхождению фаз выражается функцией логарифмически нормального распределения, т.е. функция распределения логарифмов диаметров микрочастиц отвечает закону нормального распределения Гаусса.

С.А. Салтыков предлагает следующую простую зависимость между общим числом микрочастиц в единице объема сплава N и тремя параметрами пространственной структуры, которые наиболее легко и точно определить по структуре шлифа:

$$N = 6\pi^2 \left(\frac{n}{\sum S} \right)^3 \sum V \text{ мм}^{-3} \quad (66)$$

Последняя формула является основной формулой метода укрупненных показателей, позволяющего определить все параметры распределения шаровидных микрочастиц, если оно подчиняется закону логарифмически нормального распределения. Как видно из формулы (66), чтобы найти общее число микрочастиц в единице объема сплава, экспериментально требуется определить по шлифу следующие три параметра.

1. Общее число сечений микрочастиц всех размеров на единице площади шлифа n , мм⁻². Определение выполняют по схеме, описанной в разделе 18, и формуле (33).

2. Суммарную поверхность шаровидных микрочастиц в 1 мм³ сплава $\sum S$, мм⁻¹. Определение выполняют методом случайных секущих с использованием основной формулы (14). Следует иметь в виду, что величина $\sum S$ формулы (66) выражает суммарную поверхность шаровидных микрочастиц в единице объема сплава. Если микрочастицы соприкасаются, образуя общую поверхность раздела, такая поверхность должна быть удвоена. Например, при анализе однофазной полиэдрической структуры с равноосными микрочастицами, все граничные поверхности одновременно принадлежат двум смежным микрочастицам, поэтому величина удельной поверхности $\sum S$, полученная методом случайных секущих должна быть удвоена, прежде чем ее вводят в формулу (66). Если сечения шаровидных микрочастиц полностью окружены матрицей, в формулу (66) вводят величину $\sum S$, определенную методом случайных секущих, непосредственно. Если микрочастицы частично соприкасаются, при подсчете числа точек пересечений случайной секущей с поверхностями микрочастиц, общими для двух микрочастиц, точку пересечения принимают за две.

3. Объемную долю сплава, занятую шаровидными микрочастицами или объемное содержание фазы, составляющей эти микрочастицы в сплаве $\sum V$, мм³/мм³. Ее определяют точечным или линейным методом.

Показатели $\sum S$ и $\sum V$ сами по себе являются важнейшими параметрами простран-

ственного строения сплава. Вместе с тем определив эти величины, а также величину λ , мы получаем возможность вычислить не только число N , но и все параметры логарифмически нормального распределения размеров шаровидных микрочастиц.

Таким образом, при использовании метода укрупненных показателей отпадает дифференцированная оценка сечений по размерам (измерение диаметров или хорд индивидуальных сечений), а также расчет числа микрочастиц в объеме сплава по размерным группам, т. е. наиболее трудоемкая и утомительная операция количественного микроанализа.

IX. ФОРМА МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ В СПЛАВЕ

37. ОДНОФАЗНАЯ ПОЛИЭДРИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА

Если структура однофазна, полиэдрические микрочастицы в своем стремлении к минимуму свободной энергии не могут принять форму шара, поскольку шары не заполняют пространства. В этом случае как было показано выше, минимум свободной энергии достигается, если микрочастицы приобретают форму идеального полиэдра, который характеризуется следующими параметрами:

Число: граней . . .	13,397
ребер	34,192
вершин	22,795
Угол между гранями	120°

Каждый из перечисленных параметров в отдельности может служить показателем средней формы микрочастиц полиэдрической структуры. Степень приближения этих параметров в реальной структуре к параметрам идеального полиэдра является показателем степени ее приближения к равновесному состоянию.

Экспериментально доказано, что в зависимости от продолжительности отжига, числа граней и вершин среднего полиэдра, выраженные в процентах числа граней идеального полиэдра, возрастает по затухающим кривым.

Наиболее простым по выполнению является метод оценки формы полиэдрических микрочастиц однофазных структур, использующий дисперсию двугранных углов между гранями микрочастиц, которая выражает степень однородности этих углов по величине. Средняя величина двугранных углов между гранями полиэдров однофазной структуры всегда постоянна и равна 120° (так как все ребра полиэдров в однофазной структуре служат общими вершинами трех двугранных углов). Выше было показано, что стремление структуры к минимуму свободной энергии приводит к выравниванию двугранных углов, каждый из которых в условиях идеального равновесия должен быть равен 120°. При этом дисперсия двугранных углов стремится к нулю.

Согласно седьмому основному стереометрическому соотношению (23), средняя величина двугранных углов $\bar{\Phi}$ равна средней величине плоских углов $\bar{\Phi}$, получаемых на случайной плоскости (на шлифе), пересекающей двугранные углы. Дисперсия двугранных углов определяется выражением (23).

При однофазной полиэдрической структуре средние величины двугранных углов в пространстве и их плоских сечений на шлифе равны 120°, а дисперсия двугранных углов определится выражением (25):

$$D(\Phi) = 1,11(D(\phi) - 486 \text{ град}^2)$$

Чтобы найти дисперсию двугранных углов, необходимо определить экспериментально, по шлифу, дисперсию плоских углов при вершинах сечений полиэдров.

Измерение плоских углов при вершинах сечений полиэдров удобно выполнять на микрофотографии, пользуясь прозрачным транспортиром, центр которого последовательно совмещают с узловыми точками однофазной структуры, в которых сходятся по три граничных линии. Располагая окулярной вставкой с транспортиром, можно оценивать плоские углы и при визуальном наблюдении структуры. Величины углов можно определять, округляя их до целых десятков градусов (0, 10, 20°...). Направления линий границ у точки вершины угла определяют величину угла, причем изменение направления граничных линий по мере удаления от этой точки не принимают во внимание. Измерение углов следует проводить во всех узловых точках поля зрения или микрофотографии (не выборочно). Для получения хорошо выраженной кривой частот достаточно измерить 150—200 углов при вершинах сечений полиэдров.

Все три показателя степени однородности двугранных углов (дисперсия, среднее квадратичное отклонение и коэффициент вариации) по величине стремятся к нулю по мере приближения формы полиэдрических микрочастиц однофазной структуры к форме идеального полиэдра. Поэтому их фактические величины, найденные экспериментально, показывают степень приближения однофазной структуры к равновесному состоянию.

МИКРОЧАСТИЦЫ ДВУХ И МНОГОФАЗНЫХ СТРУКТУР

В двух- и многофазных структурах сравнительно редко наблюдаются микрочастицы, имеющие форму многогранников. Обычно поверхность микрочастиц бывает плавно изогнутой, без плоских граней и отчетливо выраженных ребер или вершин. Поэтому рассмотренные выше показатели формы не пригодны для оценки формы таких микрочастиц. Микрочастицы двух- и многофазных структур в матричной фазе (в отличие от однофазных) могут принять форму, соответствующую минимуму поверхности при данном объеме, т. е. близкую к шаровидной.

Поскольку в большинстве случаев форму микрочастиц двух- и многофазных структур нельзя оценить числами граней, ребер и вершин или дисперсией двугранных углов, остается использовать для этой цели безразмерные соотношения между основными геометрическими параметрами, характеризующими размеры тела или микрочастицы. Такими параметрами являются:

Объем тела, мм ³	V
Поверхность тела, мм ²	S
Средняя площадь сечения тела, мм ²	\bar{F}
Средняя высота тела, мм	\bar{H}
Средняя длина хорды, мм	\bar{h}

Можно выбрать много различных вариантов безразмерных соотношений перечисленных параметров и поэтому предложено несколько показателей формы (коэффициентов формы, факторов формы и пр.) тел или микрочастиц. Рассмотрим один из них.

Фактор формы, показывающий отношение объема тела к площади его поверхности, может быть безразмерным, если площадь поверхности тела взять в степени 1/2, а

объем тела — в степени $1/3$. Принимая, что это отношение для шара должно быть равно 1, получаем следующее выражение, определяющее пространственный фактор формы для любых тел:

$$\Phi_3 = \sqrt[3]{36\pi} \frac{V^{1/3}}{S^{1/2}} = 2,2 \frac{V^{1/3}}{S^{1/2}} \quad (67)$$

В табл. 7 приведены значения факторов формы Φ_3 , вычисленные для некоторых геометрических тел.

Таблица 7 – Значения факторов формы различных геометрических тел

Геометрическое тело	Показатель формы Φ_3
Шар	1,000
Пентагон додекаэдр	0,955
Кубооктаэдр	0,954
Цилиндр (L=D)	0,935
Октаэдр	0,920
Куб	0,896
Тетраэдр	0,820
Пластины размером ,мм	
1x5x5	0,769
1x10x10	0,659
1x20x20	0,546
1x50x50	0,414

РЕКОМЕНДУЕМЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография М.: Металлургия , 1970. 376 с.
2. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография М.: Металлургия , 1976. 272 с.
3. Чернявский К.С. Стереология в металловедении М.: Металлургия, 1977, 230 с.
4. Штремель М.А., Карабасова Л.В., Сатдарова Ф.Ф. Прочность сплавов. Лабораторный практикум. М.: МИСиС.-1982.- 110 с.