



ВСЕ МАТЕРИАЛЫ

ЭНЦИКЛОПЕДИЧЕСКИЙ СПРАВОЧНИК

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ И ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ЖУРНАЛ

**Рекомендован ВАК для публикации результатов диссертаций
на соискание ученых степеней кандидата и доктора наук**

С 2011 г. журнал «Все материалы. Энциклопедический справочник» переводится на английский язык и выпускается издательством "Pleiades Publishing, Ltd" как приложение к журналу "Polymer Science, Series D", распространение которого осуществляет издательство "Springer".

Переводная версия журнала входит в международные реферативные базы данных систем цитирования (индексирования): Academic OneFile, Chemical Abstracts Service (CAS), El-Compendex, Expanded Academic, Google Scholar, INSPEC, OCLC, PASCAL, SCImago, SCOPUS, Summon by Serial Solutions.

СОДЕРЖАНИЕ

Полимерные материалы

- Гусейнова З.Н., Кахраманов Н.Т., Гулиев А.Д., Курбанова Р.В. Термомеханические свойства полимерных смесей на основе термопластичных полиолефинов и бутилкаучука . . . 2
- Шашкин Д.П., Глаголев Н.Н., Промыслова В.В., Шерле А.И. Спектральный и рентгено-структурный анализ сополимеров тетранитрила пиромеллитовой кислоты с тиомочевинной . . . 10

Повышение качества материалов

- Орешко Е.И., Ерасов В.С., Лашов О.А., Подживотов Н.Ю., Качан Д.В. Численное исследование несущей способности слоистого материала. 16
- Беседина К.С., Лавров Н.А., Панфилов Д.А., Барсков В.В. Влияние режимов 3D-печати на свойства изделий из АБС-пластиков 22

Материалы специального назначения

- Кравченко И.Н., Севрюков А.А., Корнеев В.М., Чеха Т.А., Пузряков А.А., Тарлаков Я.В. Исследование свойств покрытий, полученных методом плазменного нанесения оксида алюминия на детали из титанового сплава 26
- Колесников А.А., Дедов А.В., Шарова Л.И. Истираемость термопластичного полиуретана для эластичных резервуаров хранения топлива 29

Информация

- Скрябин В.А., Зверовщиков А.Е. Металлографический анализ образцов из порошковых материалов. 33
- Войтович В.А., Захарычев Е.А., Давыдова М.А., Шварев Р.Р., Феокистова Е.П. Новая одноупаковочная силикатная краска. 37
- Новости литературы 41

Информация

УДК 621.923

Металлографический анализ образцов из порошковых материалов

В.А. Скрыбин, д-р техн. наук, А.Е. Зверовщиков, д-р техн. наук

*Пензенский государственный университет (г. Пенза, 440026, РФ)**E-mail: vs_51@list.ru*

DOI: 10.31044/1994-6260-2019-0-3-33-36

Статья поступила в редакцию 23.04.2018.

После доработки 20.11.2018

Принята к публикации 30.11.2018

В статье приведены методика подготовки шлифа из порошковых материалов, особенности формирования микроструктуры и свойств, аналитические зависимости пористости и относительной плотности. Указаны факторы, влияющие на структуру порошкового материала. Рассмотрен метод металлографического анализа с помощью светового оптического микроскопа, позволяющий наблюдать структуру специально подготовленных образцов (микрошлифов). Даны рекомендуемые составы реактивов при подготовке поверхности порошковых материалов для металлографических исследований.

Ключевые слова: методика подготовки шлифа из порошковых материалов; формирования микроструктуры и свойств; факторы, влияющие на структуру порошкового материала; метод металлографического анализа с помощью светового оптического микроскопа.

Материал деталей из порошковых материалов, основой которых является железо, имеет определенные отличия от литых сталей по структуре: большая пористость, большое количество неметаллических включений (графита, оксидов, сульфидов и др.), большая гетерогенность (наличие неодинаковых частей) микроструктуры.

Технологический процесс изготовления деталей, полученных методом порошковой металлургии, состоит из следующих операций: получение порошка, приготовление шихты, холодное или горячее прессование,

спекание, а также применение термической или химико-термической обработки. От выполнения вышеуказанных операций зависят структура и свойства получаемых изделий [1–3].

Порошки нержавеющей сталей, бронзы, титана, никеля, других металлов и сплавов используют для получения пористых материалов. Изделия из этих материалов применяют в качестве фильтров, которые могут работать в агрессивных средах и при высоких температурах. Поры на поверхностях деталей служат карманами для смазочных материалов, что влияет

на длительность эксплуатации их при работе изделия.

Пористость представляет собой объемную долю дефектов в общей структуре порошкового материала. Определяют пористость из соотношения:

$$\vartheta = \frac{\sum Y_i}{Y},$$

где $\sum Y_i$ — сумма объемов всех дефектов в конечном объеме металла Y .

Состояние пористого материала выражают также относительной плотностью:

$$\Theta = \frac{\gamma_n}{\gamma_k},$$

где γ_n , γ_k — плотность пористого порошкового материала и беспористого, такого же химического состава.

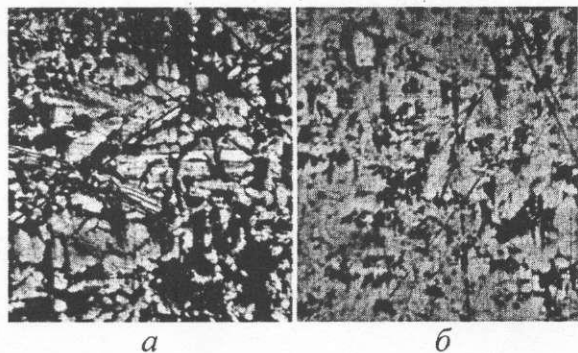
Между пористостью и относительной плотностью имеется зависимость:

$$\vartheta = 1 - \Theta.$$

Очевидно, что для беспористого материала $\vartheta = 0$, $\Theta = 1$. Для реальных пористых тел:

$$0 \leq \vartheta < 1; 0 < \Theta \leq 1.$$

Таким образом, порошковые материалы, получаемые из дискретных частиц, представляют собой гетерофазные системы, состоящие из двух фаз — твердой и пор, — и их свойства определяются соотношением и структурой этих фаз. Геометрия фаз зависит от исходной формы частиц порошка, технологии получения материала. Структурными составляющими пористого порошкового материала являются



Микроструктура образцов из медного порошка до (а) и после (б) спекания (темные включения — поры) ($\times 360$)

металлические фазы, образующие основу материала, неметаллические включения (например, графит, оксиды, сульфиды, карбиды, нитриды и т.п.) и поры.

При прессовании порошка в результате пластической деформации возникает физический контакт между частицами, что является предпосылкой к их срачиванию. Кроме того, при прессовании металл частиц упрочняется, что влияет на процессы спекания и формирования структуры порошкового материала.

Если до спекания порошковое тело представляет собой конгломерат поверхностно-деформированных частиц, разделенных между собой межчастичными границами и порами различной формы (рисунок, а), то после спекания (рисунок, б) частицы приобретают более равноосную форму, межчастичные границы становятся менее выраженными, а их сплошность нарушается, что приводит к возникновению качественно новых контактных участков с характерными металлическими свойствами [4, 5].

Структура и свойства порошковых материалов формируются в твердофазном состоянии или, в некоторых случаях, в присутствии ограниченного объема жидкой фазы. В порошковых материалах с низкой пористостью и беспористых, полученных холодной или горячей штамповкой пористых заготовок, формирование структуры происходит в условиях интенсивной пластической деформации материала частиц. На формирование структуры горячештампованных материалов значительное влияние оказывают процессы нагрева заготовок, сила и скорость деформации, скорость охлаждения материала после штамповки. Немаловажными факторами являются пористость заготовок, уровень гомогенности (однородности), достигнутый перед штамповкой.

При таком большом числе факторов, влияющих на структуру порошковых материалов, актуальными являются методы исследования и контроля порошковых изделий. Одним из распространенных является металлографический анализ с помощью светового оптического микроскопа (СМ), который позволяет наблюдать структуру специально подготовлен-

ных образцов (микрошлифов) при увеличениях от 30—50 до 1500—1800 [4].

Вышеуказанный метод позволяет решать следующие задачи:

исследовать размеры, количество, форму и распределение пор, а также структурных составляющих в порошковом материале;

определять дефекты поверхности изделий, такие как трещины и расслоения, раковины, неспеченные участки, проявления коррозии;

определять качественное и количественное содержание неметаллических включений в порошковом материале — графита, оксидов, сульфидов, карбидов, нитридов;

давать оценку результатам спекания в плане восстановления оксидов, процессам диффузии, оценивать рекристаллизацию и др., а также изучать, как меняется микроструктура порошковых материалов после термической обработки.

При подготовке шлифа образца после прессовки необходимо принимать во внимание то, что порошковые пористые материалы имеют низкую прочность и при вырезке образца могут легко разрушаться. Поэтому при исследовании структуры малоразмерных прессовок не следует их разрезать, а готовить шлиф на образце в поперечном и продольном направлениях относительно оси прессования. На шлифах проводят исследования взаимного расположение частиц основного и легирующих компонентов, дают оценку равномерности распределения частиц и степени их деформации, изучают границы раздела между частицами, границы зерен и фрагменты в частицах, а также форму, расположение пор и неметаллических включений. Основным моментом при изготовлении шлифов является отсутствие повреждения поверхности, при наличии которого может значительно измениться микроструктура.

При необходимости более тщательного изучения поверхностных слоев (покрытий на порошковых изделиях, оксидных пленок после пареокидирования и т.п.) целесообразно изготавливать косые шлифы для расширения поля исследования под углом не более 1° .

Во избежание закатывания краев шлифа при его изготовлении образцы предварительно монтируют либо в специальные струбцины с винтовыми зажимами, либо в кольцевые

оправки с заливкой образца легкоплавкими сплавами (Вуда, Розе, баббитом), пластмассой или серой.

Изготовление шлифов заключается в срезаии неровностей поверхности абразивными частицами. Обработку производят в четыре-пять стадий, постепенно уменьшая зернистость абразивных частиц. Остаточная пористость в порошковых материалах затрудняет изготовление шлифов, так как при шлифовании абразивные частицы от шлифовальной бумаги могут внедряться в поверхностные поры образца. При переходе к следующей стадии обработки шлифов необходимо менять направление шлифования на угол 90° .

Склонные к окислению материалы полируют с применением пассивирующих растворов, которые вводят в полировальную жидкость или используют для промывки шлифов. Пассивирующий раствор состоит из следующих компонентов: 10—15 г азотнокислого натрия, 3 г углекислого натрия и 100 мл воды. Отполированный образец изучают под микроскопом в нетравленном состоянии. При этом определяют распределение, форму и величину пор, наличие неметаллических включений и дефектов образца (трещин, расслоений и т.п.).

Простой и распространенный способ выявления микроструктуры — химическое травление. Под действием химических реагентов в материалах выявляются границы между отдельными частицами, зернами, фазами, проявляется рельеф на поверхности зерен и окрашивание фаз и структурных составляющих. При этом удается выявить качественное различие фаз, двойниковые образования, блочную структуру, ориентировку зерна относительно плоскости шлифа и взаимную ориентировку зерен.

Рекомендуемые составы реактивов при подготовке поверхности порошковых материалов для металлографических исследований даны в таблице.

Для травления порошковых материалов на основе железа применяют такие же реактивы, как и для выявления структуры литых сталей и чугунов. Однако из-за наличия пор поверхность порошковых материалов сильнее растравливается, чем литых, поэтому продолжительность травления первых должна быть

Состав реактивов для травления порошковых материалов на основе железа

Состав реактива	Воздействие
2—4%-ный раствор азотной кислоты в этиловом спирте. Для уменьшения активности реактива рекомендуется использовать глицерин	Выявляет межзеренные границы в феррите, микроструктуру перлита, ориентировку зерен
10—15 г хлорного железа, 20—30 мл соляной кислоты, 100 мл спирта	Выявляет структуру порошковых легированных сталей, участки структурной неоднородности, карбиды хрома
4%-ный раствор пикриновой кислоты в спирте	Обеспечивает контрастный и тонкий рисунок структуры
10 мл азотной кислоты, 20 мл соляной кислоты, 30 мл глицерина, 100 мл воды. Рекомендуется использовать при подготовке поверхности для исследования в электронном микроскопе	Выявляет структуру порошковой стали, легированной никелем, хромом, медью. Дает разную степень травимости легированного феррита. При термообработке хорошо выявляет структуру троостита, сорбита
40—45 г едкого натра, 15—20 г нитрата натрия, 100 мл этилового спирта. Используется подогретым	Качественно выявляет двойники, линии деформации, ориентировку кристаллов в углеродистых сталях. Используется при идентификации мартенсита, троостита, сорбита
5—7 г пикриновой кислоты, 70—75 г углекислого натрия, 100 мл этилового спирта. Промывка после травления в 5—7%-ном растворе лимонной кислоты	Качественно выявляет ориентировку зерен, границы полигонизированных структур, двойники, линии деформаций. Рекомендуется использовать в металлографии при больших увеличениях
20 мл азотной кислоты, 20 мл соляной кислоты, 10 мл серной кислоты, 10 мл ледяной уксусной кислоты. Травит активно	Качественно выявляет микро- и субструктуру порошковых сталей различного состава. Обеспечивает тонкое выявление структуры в термообработанных сталях
Насыщенный водный раствор пикриновой кислоты с добавлением поверхностно-активного вещества «Новость»	Выявляет границы бывших аустенитных зерен в закаленных легированных порошковых сталях

уменьшена. При значительной пористости материала (>15%) следует снижать и концентрацию травителей. Таким образом, можно предположить, что при эксплуатации деталей из порошковых материалов в условиях жидкостной и граничной смазки одним из основных факторов, определяющих долговечность деталей, является пористость поверхности. В связи с этим представляет большой интерес исследование пористой структуры спеченных деталей.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Герман Р. Порошковая металлургия от А до Я. М.: Интеллект, 2009. 336 с.

2. Сапунов С.В. Материаловедение. Учебное пособие: Санкт-Петербург, Лань, 2015. 208 с.
3. Скрыбин В.А. Финишная обработка изделий из порошковых материалов // Надежность и качество. Труды международной конференции. Пенза, Изд-во Пенз. гос. ун-та, 2011. С. 383.
4. Скрыбин В.А., Схиртладзе А.Г. Обработывающие технологические среды, используемые при камерной многошпиндельной обработке деталей из порошковых материалов // Технология металлов. 2016. № 1. С. 16—22.
5. Скрыбин В.А. Исследование структуры поверхности деталей из порошковых материалов после лезвийной и абразивной обработки // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2018. № 1. С. 42—47.