

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»

В. В. Холявко, І. А. Владимирський, О. О. Жабинська

ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ МАТЕРІАЛІВ

НАВЧАЛЬНИЙ ПОСІБНИК

*Для студентів вищих
навчальних закладів, які навчаються за напрямом
галузі знань 13 – Механічна інженерія
спеціальності 132 – Матеріалознавство
денної та заочної форм навчання*

Видавництво
«Центр учбової літератури»
Київ – 2016

УДК 669.018.2:620.22(075.8)

ББК 34.2я73

X 75

*Гриф надано Вченою радою
Національного технічного університету України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»
(протокол №5 від 5 грудня 2016 року)*

*Ухвалено на засіданні кафедри фізики металів ІФФ
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»
(протокол № 7/16 від 25 травня 2016 року)*

Рецензенти:

Подрезов Юрій Миколайович, доктор фізико-математичних наук;
Богданов Сергій Євгенович, кандидат фізико-математичних наук.

Укладачі:

Холявко Валерія Вікторівна, кандидат технічних наук, доцент;
Владимирський Ігор Анатолійович, кандидат технічних наук;
Жабинська Олена Олексіївна, бакалавр.

Відповідальний редактор:

Балахонова Наталія Олександрівна, кандидат фізико-математичних наук.

X 75 **Холявко В. В.** Фізичні властивості та методи дослідження матеріалів [текст]: навчальний посібник для студентів галузі знань 13 – Механічна інженерія спеціальності 132 – Матеріалознавство денної та заочної форм навчання / В. В. Холявко, І. А. Владимирський, О. О. Жабинська. – Київ: Центр учбової літератури, 2016. – 156 с.

ISBN 978-617-673-517-5

Навчальний посібник призначений для студентів, що навчаються за програмою підготовки бакалаврів за напрямом «Матеріалознавство». Основна ідея посібника полягає у наданні теоретичного підґрунтя для повноцінного опанування стандартних експериментальних методик дослідження фізичних властивостей металевих матеріалів та алгоритму кваліфікованої обробки отриманих експериментальних даних.

Представлена інформація дозволить студентам заповнити прогалини в базових знаннях з фізики та краще підготуватися до виконання лабораторних робіт та контрольних заходів.

Навчальна програма дисципліни «Фізичні методи досліджень матеріалів» була оновлена в рамках TEMPUS проекту «MMATENG».

Видання може бути корисним для студентів, аспірантів та пошукачів будь-яких матеріалознавчих спеціальностей.

УДК 669.018.2:620.22(075.8)

ББК 34.2я73

ISBN 978-617-673-517-5

© Холявко В. В., Владимирський І. А., Жабинська О. О., 2016.
© Видавництво «Центр учбової літератури», 2016.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	4
ТЕМА № 1. Пробопідготовка для дослідження макро- та мікроструктури матеріалів за допомогою металографічного мікроскопа	6
ТЕМА № 2. Оптична металографія	23
ТЕМА № 3. ДюрOMETричний аналіз матеріалів	60
ТЕМА № 4. Дилатометричний аналіз матеріалів	91
ТЕМА № 5. Резистометричні дослідження металевих матеріалів.....	124
ДОДАТКИ.....	142

ВСТУП

Дисципліна «Фізичні властивості та методи дослідження матеріалів» викладається студентам напряму «Матеріалознавство», що навчаються за програмами підготовки бакалаврів. Вивченню дисципліни передують одержані у достатньому обсязі знання розділів загальної фізики, хімії та математики.

Метали та сплави мають різний рівень фізичних властивостей, від яких залежать технологічні та експлуатаційні характеристики матеріалів та виробів. Використовуючи лише один метод дослідження, неможливо отримати достатню кількість інформації для визначення доцільності використання матеріалу в заданих експлуатаційних умовах. Саме тому дуже важливо вміти отримувати дані про фізичні властивості та внутрішню структуру металів, використовуючи декілька методів аналізу.

Предмет навчальної дисципліни – дослідження структурних, механічних та фізичних властивостей металів та сплавів.

Мета вивчення дисципліни – набуття студентами компетентностей у відповідності до діючої освітньо-професійної програми.

По закінченні курсу студенти зможуть продемонструвати такі результати навчання:

ЗНАННЯ:

- алгоритмів дії при виконанні стандартних методів випробувань та обробки експериментальних результатів;
- методик застосування базових знань з природничих наук при розв'язанні професійних задач в галузі матеріалознавства;
- процесу вибору методик дослідження матеріалів та їх властивостей відповідно до поставленого завдання.

УМІННЯ:

- проводити пробопідготовку для основних стандартних методів досліджень;
- проводити дослідження з урахуванням вимог відповідних стандартів випробувань і експериментальних досліджень;

-проводити інженерні розрахунки, обробку та аналіз результатів експерименту;

-аналізувати отримані результати випробувань і експериментальних досліджень та складати рекомендації щодо подальшого використання матеріалів та виробів;

-застосовувати нормативні вимоги до оформлення та представлення результатів діяльності.

В даному навчальному посібнику представлені теоретичні відомості до всіх лабораторних робіт курсу. Частина інформації розкривається викладачем протягом лекційних занять, інша частина може бути опанована протягом самостійної підготовки до виконання лабораторних робіт. Матеріал навчального посібника згрупований за видами експериментальних досліджень матеріалів. При підготовці до кожної лабораторної роботи потрібно прочитати відповідну частину розділу. Сторінки вказані у переліку основної літератури до кожної лабораторної роботи.

До кожної лабораторної роботи пропонується достатньо великий обсяг теоретичної інформації, що дозволить студентам актуалізувати вивчений раніше матеріал та систематизувати його у відповідності до поставленої мети роботи.

Детальний опис експериментальних установок з наведеними фотографіями допоможе ефективно опанувати принципи їх роботи та алгоритм проведення випробувань.

Сукупність наведених теоретичних відомостей та попереднього досвіду студентів дозволить після виконання кожної лабораторної роботи зробити компетентні висновки щодо рівня визначених параметрів, можливостей та напрямків експлуатації досліджуваних матеріалів.

ТЕМА № 1

ПРОБОПІДГОТОВКА ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ МАКРО- ТА МІКРОСТРУКТУРИ МАТЕРІАЛІВ ЗА ДОПОМОГОЮ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО МІКРОСКОПА

1 Основи процесу пробопідготовки

Зразок для металографічного дослідження структури металу називають *шліфом*. Оскільки мікроструктуру металу вивчають у відбитому світлі поверхня шліфа повинна задовольняти ряду вимог:

- 1) мати мінімальний деформований шар;
- 2) бути плоскою (без «завалів»), що забезпечує можливість досліджень при великих збільшеннях;
- 3) мати максимальну відбивну здатність, не містити подряпин і ямок;
- 4) різні ділянки поверхні повинні по-різному відбивати світло, що забезпечує можливість розрізнення елементів мікроструктури (досягається або завдяки неоднаковому відбиттю світла (поляризованого або неполяризованого, моно- або поліхроматичного) від плоскої поверхні, або внаслідок утворення рельєфу на поверхні шляхом протравлювання, або шляхом створення на поверхні плівок, товщина і, отже, забарвлення яких залежать від природи або орієнтації кристалітів, на яких вони виникли).

Шліф повинен мати мікроструктуру, характерну для всього досліджуваного виробу або його частини. Тому має значення, по-перше, вибір ділянки виробу, з якої вирізають зразок, і, по-друге, вибір розташування досліджуваної поверхні на зразку.

Загальні рекомендації при цьому наступні:

- мікроструктуру *матеріалів після пластичної деформації* досліджують у напрямку деформування. Оскільки ступінь деформації може бути відмінним на різних ділянках зразка, то для виготовлення шліфів вирізають декілька зразків вздовж та поперек напрямку деформування;

- мікроструктуру *литих матеріалів* також виявляють шляхом дослідження декількох шліфів, отриманих з різних ділянок (периферійних та серединних) поперечного перерізу зливка. Якщо литий виріб має різні розміри в різних місцях відливки (фасонне литво), то окремо досліджується мікроструктура у всіх відмінних перетинах – від найбільших до мінімальних;

- структуру сплавів, що піддаються *термічній обробці*, перевіряють в поверхневих, а також в глибинних шарах деталі;

- для виявлення мікроструктури матеріалів, отриманих методом *порошкової металургії*, слід використовувати декілька зразків з центральної та периферійної частини пресованого матеріалу;

- мікроаналіз широко застосовують для встановлення причин *руйнування* деталей при експлуатації. Зазвичай зразки вирізають поблизу місця руйнування і на віддалі від нього, для того, щоб мати можливість визначити наявність відхилень в будові матеріалу.

Площа поверхні шліфа зазвичай складає близько 1 см², висота зразка для зручності роботи з ним повинна бути не менше 10 мм. Для виготовлення шліфів на зразках менших розмірів (стрічка, дріт тощо) їх після вирізання розміщують в циліндричній обоймі, або заливають пластмасою (рис. 1.1, а).

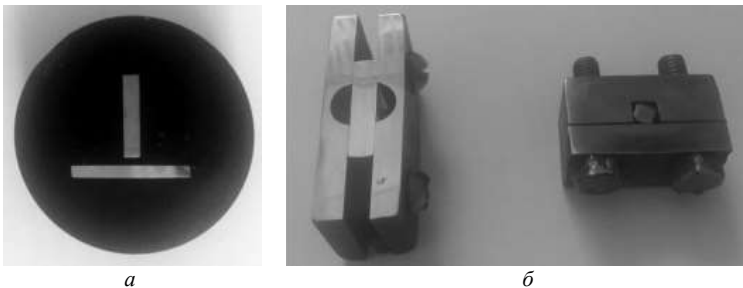


Рисунок 1.1 – Засоби фіксації зразків малих розмірів при пробопідготовці до металографічних досліджень: *а* – пластмасова форма, *б* – струбцини різних форм

В деяких випадках для закріплення дрібних зразків застосовують металеві гвинтові затискачі – струбцини (рис. 1.1, б).

2 Етапи пробопідготовки

2.1 Підготовка плоскої поверхні

Підготовка плоскої поверхні шліфа включає:

- 1) вирізання і вирівнювання поверхні;
- 2) шліфування;
- 3) полірування.

Всі перераховані операції повинні проводитися так, щоб вони не приводили до зміни мікроструктури металу. В цьому відношенні особливо відповідальні перша і друга операції, які не повинні супроводжуватися деформацією поверхневих шарів і нагрівом зразка. Поверхня підготовленого шліфа повинна бути дзеркально гладкою, плоскою за всією його площею, не мати подряпин, ямок і забруднень.

Вирізання зразка для виготовлення шліфа зазвичай проводять абразивними кругами, а вирівнювання поверхні на токарних, фрезерних або шліфувальних верстатах. З м'яких матеріалів зразки вирізають пилкою, фрезою, різцем, тощо. Якщо ж твердість металу висока, то зразок вирізають карборундовими, алмазними або вулканітовими кругами. Зведення до мінімуму деформації поверхні і нагрівання зразка на цій стадії підготовки досягається належним вибором інструменту і режиму обробки, а також інтенсивним охолодженням оброблюваної поверхні і інструменту.

Шліфування проводять з метою зменшення нерівностей на поверхні зразка. При цьому використовують шліфувальний папір різних номерів (номери позначають розмір зерен абразивного порошку, прикріпленого до паперової чи тканинної основи).

Шліфування починають на папері з крупним зерном, поступово переходячи до обробки папером з більш дрібним зерном. На кожному виді абразивного матеріалу зразок шліфують до тих пір, поки повністю не зникнуть всі сліди подряпин від попередньої операції. Надалі зразок очищують від налиплих порошинок абразиву та зішліфованого матеріалу і

переходять до шліфування папером з дрібнішим абразивом. Зазвичай виявляється достатнім використання 4–5 номерів шліфувального паперу. Після завершення шліфування зразок ретельно промивають під струменем води та висушують.

При шліфуванні зразків з м'яких кольорових металів слід уникати сильної деформації. Крім того, абразивні частинки, що вириваються з шліфувального паперу, і металева стружка можуть вдавлюватися в поверхню металів; тому папір необхідно своєчасно очищати від використаного абразиву, або покривати спеціальними захисними матеріалами. Так, наприклад, при виготовленні шліфів з алюмінію шліфувальний папір натирають парафіном.

Полірування слугує для подальшого зменшення нерівностей на плоскій поверхні зразка. Полірування закінчують при зникненні з поверхні будь-яких рисок і подряпин та досягненні нею дзеркальної гладкості. Якщо риси або подряпини зберігаються, не дивлячись на тривале полірування, зразок необхідно додатково шліфувати на папері з дрібним зерном, а потім повторно полірувати. Полірування проводять механічним, електролітичним або хімічним методами. В якості абразивів для полірування використовують оксид алюмінію, оксид хрому або інші оксиди. Для полірування твердих матеріалів застосовують пасту з алмазним порошком або алмазні круги. Після полірування мікроструктуру зразка, як правило, виявити неможливо. Виключенням є сплави, структурні складові яких сильно відрізняються за складом і твердістю, внаслідок чого одні ділянки шліфа піддаються поліруванню більшою мірою, ніж інші, що обумовлює утворення рельєфу на поверхні.

Після полірування незалежно від обраного способу шліф промивають водою, потім спиртом і просушують фільтрувальним папером.

2.2 Виявлення макро- та мікроструктури

Для виявлення макроструктури матеріалу достатньо якісно відшліфувати та відполірувати робочу поверхню зразка. Підготовлений

для макроструктурного аналізу зразок називається *макрошліфом*. Під мікроскопом такий шліф буде мати вигляд світлого круга, на якому часто можна помітити темні ділянки (сірі або чорні), а іноді жовті або іншого кольору, зазвичай невеликих розмірів. Ці ділянки є слідами неметалічних включень; у деяких сплавах такі ділянки можуть бути характерними для нього структурними складовими. При дослідженні непротравленого макрошліфа можна також виявити пористість матеріалу. *Пористий матеріал* має у своїй структурі багато дрібних порожнин, які виникли в процесі виготовлення чи експлуатації. *Пористість* – ступінь заповнення об'єму матеріалу порами.

Для дослідження *мікроструктури* матеріалу необхідно спочатку її виявити. Виявлення мікроструктури в більшості випадків зводиться до створення на полірованій поверхні неглибокого рельєфу, в якому конфігурація нерівностей повторює розташування і контури окремих кристалітів. Іноді такий рельєф створюється при поліруванні зразка. Наприклад, на поверхні шліфа, що полірується механічним методом, тверді кристаліти дещо виступають, а м'які – заглиблені. У решті випадків рельєф створюють за допомогою протравлювання – короткочасної дії реактиву. Травник і тривалість протравлювання підбирають, використовуючи довідникові дані або дослідним шляхом. Підготовлений для мікроскопного аналізу зразок називається *мікрошліфом*.

Протравлювання мікрошліфів дозволяє виявити дві важливі особливості мікроструктури металів і сплавів:

- 1) полікристалічну, зеренну будову (розмір, форма, розподіл зерен);
- 2) структурні складові сплавів.

Структурна складова – це частина структури, що спостерігається при металографічному дослідженні як однорідна.

Механізм виявлення мікроструктури сплаву досить складний. Ті ділянки шліфа, які сильно протравлені, при мікроскопічних дослідженнях виявляються темнішими, оскільки чим сильніше протравлена поверхня, тим більше вона розсіює світло і менше світла потрапляє в об'єктив (рис. 1.2, а).

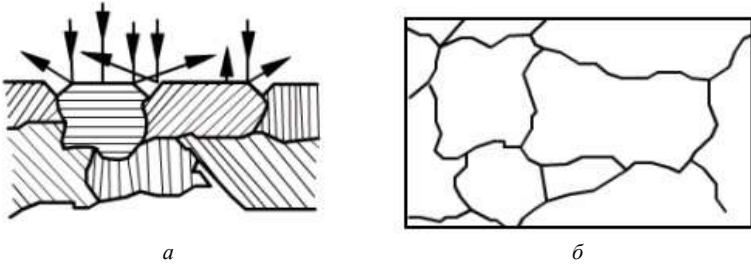


Рисунок 1.2 – Виявлення мікроструктури сплаву: *a* – схема отримання зображення від поверхні протравленого шліфа, *б* – протравлений зразок з однофазною структурою

У зразку з однофазною структурою межі між зернами розтравлюються сильніше, ніж об'єм зерна, і при мікроскопічних фіксуються канавки у вигляді темної сітки (рис. 1.2, б).

Зазвичай використовують хімічне, електролітичне або термічне протравлювання.

При хімічному або електролітичному протравлюванні, по-перше, утворюються канавки на межах між зернами і, по-друге, створюється відмінна шорсткість поверхні зерен різних фаз або навіть однієї фази (останнє має місце в тому випадку, якщо у різних зерен однієї і тієї ж фази з площиною шліфа співпадають різні площини кристалічної ґратки). Канавки на межах утворюються через те, що атоми в цих ділянках мають підвищену енергію і тому легше вступають в хімічну реакцію розчинення. Неоднакова шорсткість на поверхні зерен різних фаз або навіть однієї і тієї ж фази обумовлена тією ж причиною – неоднаковою хімічною активністю внаслідок різних властивостей фаз або щільності пакування атомів на різних площинах кристалічної ґратки зерен однієї і тієї ж фази. Оскільки атоми в середині зерен мають меншу енергію, чим на їх границях, рельєф на поверхні є менш глибоким. При дослідженні у відбитому світлі максимальний оптичний контраст створюється між ділянками рельєфу різної глибини, тобто між границями і об'ємом зерен. Контраст між різними зернами значно слабший завдяки меншій відмінності в глибині нерівностей на їх поверхні.

Контраст зображення структури може бути посилений шляхом «фарбування» зерен в різні кольори, що досягається створенням на поверхні шліфа прозорої оксидної плівки, товщина якої на різних зернах буде неоднаковою. При спостереженні в білому світлі ділянки плівки різної товщини забарвлюються в різні кольори завдяки явищу інтерференції. Оксидні плівки отримують шляхом нагріву полірованого або слабо протравленого шліфа в окислювальній атмосфері. Для ряду сплавів підібрані реактиви, які при взаємодії із зразком створюють на поверхні зерен різних фаз забарвлені плівки з продуктів хімічної реакції.

Термічне протравлювання проводять шляхом нагріву полірованого шліфа в захисній атмосфері або у вакуумі. Створення рельєфу на поверхні, в першу чергу канавок термічного протравлення на межах зерен, є результатом видалення атомів з тих ділянок поверхні шліфа, в яких вони мають підвищену енергію внаслідок збільшеної рухливості атомів при високих температурах (не менше 0,6 від температури плавлення). Перед виявленням структури за методикою термічного протравлювання полірування шліфа слід проводити електролітичним або хімічним способами.

2.3 Дослідження макро- та мікроструктури матеріалів

Дослідження макроструктури доцільно починати з розгляду під мікроскопом непротравленого шліфа. Наприклад, в сталях на світлому фоні можна спостерігати неметалічні включення у вигляді темних, іноді забарвлених в інші кольори, ділянок (рис. 1.3).

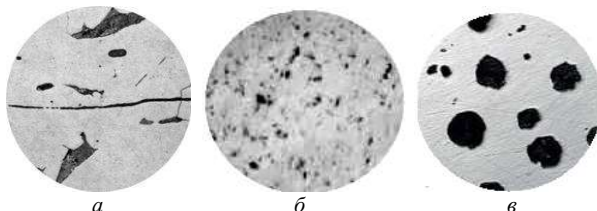


Рисунок 1.3 – Неметалічні включення в залізобуглецевих сплавах (сталь, чавун): а – сірчисте залізо (FeS); б – крихкі оксиди; в – графіт в чавуні

Таким чином, аналізуючи поліровану поверхню шліфа при невеликих збільшеннях можна оцінити кількість, тип та рівномірність розподілу включень, проаналізувати пористість матеріалу, визначити наявність дефектів будови, що виникли при виготовленні чи подальшій обробці (усадкові раковини, ліквациї тощо) матеріалу.

Вивчивши параметри макроструктури, шліф протравлюють і знову досліджують за допомогою металографічного мікроскопа з метою виявлення *мікроструктури*. Визначають кількість структурних складових, їх розмір, форму, колір, характер розташування, однорідність. Більшість металів мають полікристалічну будову, структурними складовими якої є зерна (кристаліти). Розмір і форма зерен залежить від способу отримання металу і характеру його обробки (рис. 1.4, *a*, *б*).



Рисунок 1.4 – Зміна структури заліза при пластичній деформації: *a* – вихідний стан; *б* – зміна форми зерен матеріалу при великій пластичній деформації

У сплавах структура зазвичай є більш складною. Вони, як і метали, можуть мати одну (рис. 1.5, *a*), дві (рис. 1.5, *б*) чи більше структурні складові (рис. 1.5, *в*).

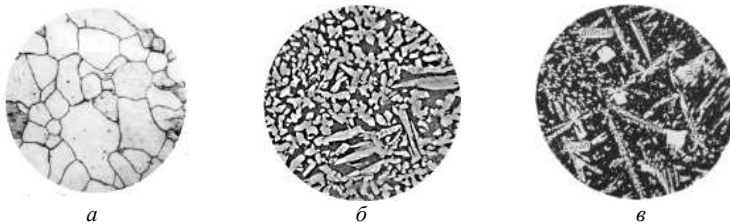


Рисунок 1.5 – Структури сплавів: *a* – сталь 08ПС, *б* – латунь LC59-1, *в* – бабіт B83

Розглянувши всі елементи структури, можна переходити до якісного і кількісного мікроструктурного аналізу.

3 Устаткування, прилади та матеріали

3.1 Шліфування

Шліфування проводять з використанням шліфувального паперу, який представляє собою абразивний порошок, гранули якого прикріплені до паперової або тканинної основи.

Абразивом можуть бути електрокорунд, карбід кремнію і інші тверді речовини; розмір зерен абразиву на різних номерах шліфувального паперу може складати від 4 до 250 мкм.

Параметри абразиву (кількість частинок на одиницю площі), тип паперу та деяка додаткова інформація позначається на зворотному боці абразивної стрічки чи на кожному листі окремо.

В процесі шліфування послідовно переходять від паперу з крупним зерном до обробки папером з дрібним зерном. При шліфуванні вручну папір поміщають на скло, зразок притискають оброблюваною поверхнею до абразиву і переміщують зворотно-поступальними рухами. Шліфування можна проводити також на верстаті з горизонтально розташованим обертальним кругом, на якому закріплюють лист шліфувального паперу (рис. 1.6). Зразок притискають до круга вручну або фіксують в спеціальному пристосуванні.



Рисунок 1.6 – Шліфувально-полірувальний верстат МР-2В

Перед шліфуванням оброблювану поверхню очищають від частинок металу і абразиву. Очищення повторюють перед поворотом зразка на 90⁰ та після зміни номеру шліфувального паперу.

Для забезпечення рівних країв шліфа необхідно опускати зразок на шліфувальний круг та знімати з нього перпендикулярно до поверхні. Інакше виникнуть завали, внаслідок чого сфокусувати мікроскоп при металографічних дослідженнях виявиться неможливим.

3.2 Полірування

Для *механічного* полірування використовують верстат з обертальним кругом, який обтягнутий тканиною (фетром, сукном, драпом та ін.). Як абразив найчастіше застосовують тонкоподрібнений оксид хрому, який у вигляді водяної суспензії наносять на поверхню круга під час його обертання. Зразок шліфованою поверхнею злегка притискають до поверхні круга. Під час полірування зразок переміщують від периферії до центру круга (для забезпечення рівномірного розподілу абразиву) і періодично повертають (з метою виключення утворення «хвостів» біля включень на поверхні зразка). Для отримання якісної поверхні при поліруванні необхідно, щоб зразок і руки оператора були очищені від шліфувального абразиву. Круг під час полірування повинен бути вологим. Для полірування чорних і кольорових металів швидкість обертання круга діаметром 250 мм повинна складати 400 – 600 об/хв.

Механічне полірування можна проводити також за допомогою алмазних паст, в яких розміри зерен абразиву становлять $1 \div 10$ мкм. Пасту наносять на ватман або тонке сукно невеликим шаром. Полірування проводять так само, як і шліфування зразка.

При поліруванні м'яких матеріалів на круг наносять 0,025 г алмазного порошку, частинки якого мають діаметр не більше 8 мкм, втирають в сухе тонке сукно, натягнуте на диск діаметром близько 200 мм без обода, потім поверхню такого диска з нанесеним порошком змащують легким шаром парафіну, а сам диск вмонтовують в полірувальний верстат; швидкість обертання при цьому має складати приблизно 200 об/хв.

Хіміко-механічне полірування проводять за допомогою круга, на якому разом з абразивом нанесені хімічні речовини, що сприяють

прискоренню полірування. Для полірування чорних металів зазвичай застосовують пасту ГОИ. Дана паста випускається чотирьох сортів за зернистістю і складається з оксиду хрому, стеарину, гасу, олеїнової кислоти і соди.

Метод електролітичного полірування базується на ефекті розчинення аноду. На поверхні зразка-анода при пропусканні струму через електроліт відбувається розчинення і вирівнювання виступів, що є результатом формування на поверхні зразка в'язкого шару, який складається з продуктів реакції металу і електроліту. Товщина шару над виступами і, отже, його електроопір в цих місцях менший, ніж над западинами. Тому під час електролітичного полірування відбувається переважно розчинення виступів і досягається гладкість поверхні шліфа.

Якість полірування залежить від початкового стану поверхні зразка, відстані між зразком і катодом, щільності струму, температури (в'язкості) і перемішування електроліту. Перевага електролітичного полірування перед механічним полягає в тому, що воно забезпечує видалення деформованого шару, утвореного на поверхні зразка при шліфуванні. Тому при виготовленні зразків з м'яких матеріалів електрополірування виявляється основним методом.

Склад електроліту, а також щільність струму на аноді обирають залежно від матеріалу шліфа (табл. 1.1).

Таблиця 1.1 – Режими електрополірування деяких металів і сплавів

Матеріал	Склад електроліту	Щільність струму, А/см ²	Температура, °С
Вуглецеві та леговані сталі	Азотна кислота (щільність 1,48 г/см ³)	8-10	< 30
Нержавіючі сталі	Ортофосфорна кислота 38%, гліцерин 53%, вода 9%	0,2-2	20-115
Мідь, латунь	Хромовий ангідрид 7,2%, двохромовокислий натрій 21,7%, оцтова кислота 7%, сірчана кислота 5,8%, вода 58,3%	2-4	60-75
Алюмінієві сплави	Сірчана кислота (щільність 1,84 г/см ³) 38%, фосфорна кислота 48%, вода 14%	7,5	95
Нікелеві сплави	Сірчана кислота (щільність 1,84 г/см ³) 60 %, вода 40 %.	0,2	30

Під дією деяких реактивів поверхня зразка вирівнюється і за відсутності електричного струму. Таке полірування називається хімічним.

3.3 Протравлювання

Для протравлювання мікрошліф занурюють полірованою поверхнею в розчин обраного складу (табл. 1.2) і через деякий час виймають (тривалість протравлювання залежить від сплаву, що вивчається, і складу розчину). За іншою методикою травник можна нанести на підготовлену поверхню мікрошліфа. Якщо полірована поверхня стане злегка матовою, протравлювання вважається закінченим, і шліф відразу ж промивають водою, потім спиртом і висушують фільтрувальним папером.

Таблиця 1.2 – Реактиви для протравлювання шліфів

Назва реактиву	Склад реактиву	Особливості застосування
1	2	3
I. Реактиви для протравлювання заліза та його сплавів		
<i>Для виявлення структури вуглецевих та легованих сталей та чавуну</i>		
Розчин кислот в гліцерині	Азотна кислота (щільність 1,4 г/см ³) 10 мл, соляна кислота (щільність 1,19 г/см ³) 20-30 мл, гліцерин 30 мл	Для виявлення структури високохромистої, швидко-ріжучої та аустенітної марганцовистої сталей в загартованому стані. Для кращого виявлення рекомендується позмінне протравлювання і полірування.
Реактив Іжевського	Пікринова кислота (кристалічна) 4 г, етиловий спирт 100 мл	Застосовується для виявлення структури вуглецевої, азотованої, цементованої сталей та чавуну

Продовження таблиці 1.2

1	2	3
Реактив Ржешотарського	Азотна кислота (щільність 1,4 г/см ³) 3,5 мл, етиловий спирт 100 мл	Реактив фарбує перліт в темний колір, проявляє границі зерен фериту, структуру мартенситу та продуктів відпуску, а також сплавів Pb-Zn і Al-Pb
Царська горілка	Соляна кислота (щільність 1,19 г/см ³) 3 частини, азотна кислота (щільність 1,4 г/см ³) 1 частина	Для виявлення структури аустенітних, нержавіючих сталей та жароміцних сплавів. Перед застосуванням реактив витримати протягом 20-30 годин.
<i>Для виявлення границь зерен в сталях</i>		
Розчин кислот	Соляна кислота (щільність 1,19 г/см ³) 10 мл, азотна кислота (щільність 1,4 г/см ³) 3 мл, етиловий спирт 87 мл	Для електролітичного протравлювання сталей аустенітного, мартенситного та мартенситно-феритного класів. Тривалість до 10 с, напруга 5-12 В.
Розчин щавелевої кислоти	Щавелева кислота 10 г, вода 90 мл	Для електролітичного протравлювання сталей мартенситного та аустенітного класів. Тривалість 1-10 с, напруга 2-10 В.
II. Реактиви для виявлення структури кольорових сплавів		
Соляно-кислий розчин хлорного заліза	10 г хлориду заліза на 25 мл соляної кислоти і 100 мл води	Для протравлювання сплавів на основі міді
Розчин азотно-кислого срібла	5-10 г нітрату срібла на 100 мл води	Для протравлювання бабітів

Продовження таблиці 1.2

1	2	3
Розчин їдкого натру	10 г гідроксиду натрію на 100 мл води	Для протравлювання сплавів на основі алюмінію
Реактив Ржешотарського	Азотна кислота (щільність 1,4 г/см ³) 3,5 мл, етиловий спирт 100 мл	Для протравлювання сплавів Pb-Zn і Al-Pb
Розчин аміаку	Розчин аміаку (25 %) 1 частина та перекис водню (3 %) 1 частина	Для протравлювання свинцевих бронз

Шліфи можна протравлювати електролітичним методом. При цьому анодом є мікрошліф, а катодом – пластинка нержавіючої сталі (або свинцю), рідше – вугільний стрижень. У таблиці 1.3 наведено найбільш розповсюджені склади реактивів для електролітичного протравлювання.

Таблиця 1.3 – Реактиви для електролітичного протравлювання шліфів

Склад реактиву	Призначення та особливості застосування
Хлорне залізо 0,5 %, соляна кислота (щільність 1,19 г/см ³) 1 %, метиловий спирт 98,5 %	Для протравлення вуглецевої сталі. Щільність струму 0,5 А/см ²
Щавелева кислота 2–10 г, вода 100 мл	Для виявлення карбідів та структури нержавіючої сталі. Напруга 3–6 В.
Соляна кислота (щільність 1,19 г/см ³) 10 %, етиловий спирт 90 %	Для протравлення високолегованої сталі. Щільність струму 0,05 А/см ²
Розчин ортофосфорної кислоти (щільність 1,48–1,55 г/см ³)	Для виявлення структури сплавів міді. Щільність струму 0,02–0,05 А/см ²

Якість протравлювання перевіряють за допомогою мікроскопа при тому ж збільшенні, при якому проводитиметься подальше вивчення шліфа. Якщо поверхня шліфа, видима під мікроскопом, дуже світла, немає чіткості контурів структури, то шліф є недотравленим, і необхідне

проведення повторного протравлювання. Якщо ж поверхня шліфа темна, з широкими темними границями структурних складових, то шліф є перетравленим. В цьому випадку його переполірують з метою видалення поверхневого шару і повторно протравлюють. Якщо при поліруванні протягом 1–2 хвилини сліди протравлення прибрати не вдається, то поверхневий шар металу необхідно видалити шліфуванням, а тривалість повторного протравлювання зменшити.

Контрольні питання до теми №1

1. Як забезпечується відповідність структури шліфа і виробу?
2. Які вимоги висувають до поверхні шліфа?
3. З яких стадій складається підготовка поверхні шліфа?
4. Які вимоги висувають до режимів вирізання і шліфування зразка для дослідження мікроструктури?
5. Як проводять механічне шліфування зразка для дослідження мікроструктури?
6. Як проводять механічне полірування?
7. Чому поверхня зразка при електролітичному поліруванні стає дзеркально гладкою?
8. В чому переваги і недоліки електролітичного полірування в порівнянні з механічним?
9. Які дефекти недопустимі на полірованій поверхні шліфа?
10. В яких випадках обов'язково застосовується не механічне, а електролітичне або хімічне полірування?
11. Чи можна (і в яких випадках) спостерігати мікроструктуру на полірованому шліфі?
12. Чому при протравлюванні мікрошліфа на межах зерен утворюються канавки?
13. Чому зерна однієї фази після протравлювання можуть виглядати темніше за зерна іншої фази?

14. Чому неоднаково можуть протравлюватися різні зерна однієї і тієї ж фази?

15. Які можливі причини «фарбування» зерен після операції виявлення структури?

16. Чому виявляється мікроструктура зразка після нагріву полірованого шліфа у вакуумі?

Практичні завдання до теми №1

1. Виконати шліфування та полірування досліджуваного зразка.
2. Виявити та описати макроструктури досліджуваного зразка.
3. Підібрати травник в залежності від матеріалу зразка.
4. Виконати протравлювання поверхні шліфа.
5. Дослідити мікроструктуру матеріалу за допомогою металографічного мікроскопа.
6. Проаналізувати результати та сформулювати висновки.

Перелік літератури до теми №1

1. *Геллер Ю.А.* Материаловедение (методы анализа, лабораторные работы и задачи) / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1975. – 448 с. – С. 23-36, 58-67.
2. *Тушинский Л.И.* Методы исследования материалов / Л.И. Тушинский, А.В. Плохов, А.О. Токарев, В.Н. Синдеев. – М.: Мир, 2004. – 380 с.
3. *Лахтин Ю.М.* Материаловедение / Ю.М. Лахтин. – Москва: Металлургия, 1993. – 448 с.
4. *Фетисов Г.П.* Материаловедение и технология металлов / Г.П. Фетисов, М.Г. Карпман и др. – М.: Высшая школа, 2001. – 622 с.
5. *Евстратова И.И.* Материаловедение / И.И. Евстратова и др. – Ростов-на-Дону: Феникс, 2006. – 268 с.

6. *Ильина Л.В.* Материалы, применяемые в машиностроении: справочное пособие / Л.В. Ильина, Л.Н. Курдюмова. – Орел: ОрелГТУ, 2007.

7. *Карпов Я.С.* Авиационное материаловедение. Часть 1. Металлы и сплавы /Я.С. Карпов, П.П. Лепихин, В.В. Остапчук, Н.Д. Сазоненко, Н.И. Семишов. – Учеб. пособие по лаб. практикуму. – Харьков: НАУ «ХАИ», 2004. – 127 с.

ТЕМА № 2

ОПТИЧНА МЕТАЛОГРАФІЯ

1 Фізичні основи методу оптичної металографії

Властивості матеріалу визначаються не лише його складом, але і структурою (зокрема, – мікроструктурою). Під *мікроструктурою* розуміють зеренну будову матеріалу (розмір, форму, орієнтацію та взаємне розташування зерен). Найпоширенішим методом визначення параметрів мікроструктури матеріалів є *металографічний аналіз*, який полягає у дослідженні об'єктів за допомогою оптичного мікроскопа.

Зерна металів – це окремі кристаліти полікристалічного конгломерату з певною орієнтацією кристалічної ґратки, розділені між собою суміжними поверхнями, що називаються границями зерен.

Металографічний аналіз матеріалів застосовується для:

а) встановлення зв'язку між мікроструктурою та властивостями досліджуваного матеріалу через визначення кількості, розмірів зерен, їх форми та взаємного розташування і кількісного співвідношення наявних в матеріалі фаз, виявлення макро- та мікродефектів сплавів тощо (під *фазою* розуміють однорідну частину матеріалу, що має свої границі поділу, при переході через які відбувається стрибкоподібна зміна властивостей);

б) підтвердження отримання заданої мікроструктури, яка повинна забезпечувати необхідний рівень властивостей матеріалу (наприклад, через приблизне визначення вмісту вуглецю в сталі, встановлення наявності неметалевих включень, їх форми, розмірів, характеру розташування, визначення глибини шару, що виник на поверхні внаслідок хіміко-термічної обробки тощо);

в) встановлення передісторії матеріалу для визначення причин, що викликали формування тієї чи іншої мікроструктури (визначення характеру, типу та якості попередньої обробки: особливостей процесу

лиття, термічної обробки, обробки тиском, хіміко-термічної обробки, зварювання тощо).

Металографічний аналіз виконується на спеціально підготовлених зразках – шліфах.

1.1 Типи металографічних мікроскопів

В залежності від складності та універсальності металографічного мікроскопа в ньому може бути реалізовано одразу декілька або лише один спосіб дослідження об'єктів.

За конструкцією металографічні мікроскопи поділяються на:

- прями (рис. 2.1, *а*);
- інверсійні (рис. 2.1, *б*).



а



б

Рисунок 2.1 – Зовнішній вигляд типового металографічного мікроскопа: *а* – прямого, *б* – інверсійного

При прямій компоновці мікроскопа об'єктив знаходиться над об'єктом, досліджувана поверхня якого направлена вгору. При такій конструкції виникають дві проблеми: необхідність перпендикулярності оптичної осі і поверхні досліджуваного об'єкта та неможливість дослідження великих зразків. Перша вирішується шляхом фіксації об'єкта

на плоско-паралельній пластині за допомогою пластичної фіксуєючої маси (наприклад, пластиліну) і подальшого пресування. Дослідження великих предметів виконується або за допомогою високого штативу, або шляхом встановлення основи мікроскопа безпосередньо на плоску і горизонтальну частину об'єкта.

При *інверсійній* конструкції металографічного мікроскопа об'єктив знаходиться під об'єктом, який розташований досліджуваною поверхнею донизу. При такій компоновці знімаються обмеження стосовно форми та розміру зразка, але виникають обмеження за його вагою, яка тисне на фокусувальний механізм мікроскопа. Крім того, для інверсійних мікроскопів недоступні деякі методики, що пов'язані з обробкою поверхні матеріалу реактивами.

1.2 Схема формування зображення в мікроскопі

Світлові промені в металографічних мікроскопах розповсюджуються за законами геометричної оптики. Відбиті від поверхні зразка промені спочатку потрапляють в об'єктив, а далі в окуляр. Об'єктив формує дійсне перевернуте та збільшене зображення I' (рис. 2.2).

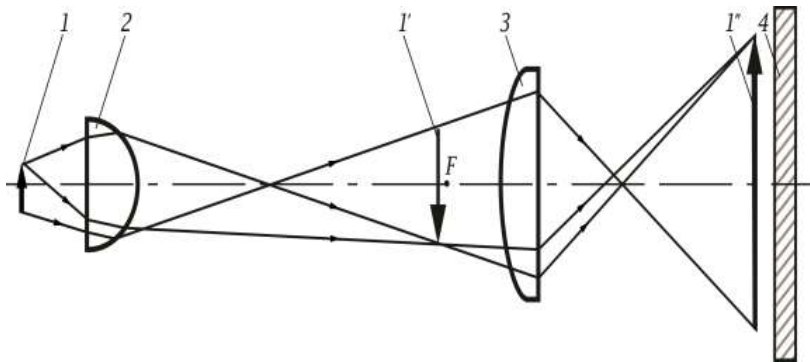


Рисунок 2.2 – Принципова схема формування зображення в оптичному мікроскопі: 1 – об'єкт, I' – зображення, яке формує об'єктив, I'' – зображення, яке формує окуляр, 2 – об'єктив, 3 – окуляр, 4 – екран, F – передній фокус окуляра

При візуальному спостереженні об'єкта I мікроскоп налаштовують таким чином, щоб зображення I' знаходилося безпосередньо за переднім фокусом окуляра F (фокус оптичної системи – точка, в якій перетинаються («фокусується») первинні паралельні промені після проходження через збиральну лінзу). В цьому випадку окуляр працює як лупа та формує уявне перевернуте та збільшене зображення. Проходячи крізь око людини, промені від нього створюють на сітківці дійсне зображення. Зазвичай зображення, сформоване окуляром, розташовують на відстані найкращого бачення ока (відстань, при якій деталі об'єкта можна розглядати без напруження зору, складає ~ 250 мм).

Якщо змістити окуляр таким чином, щоб зображення I' опинилося перед його переднім фокусом F , то тоді він буде працювати як проєкційна система та сформує дійсне пряме та збільшене зображення. Його і спостерігає дослідник на екрані 4.

1.3 Спотворення оптичних зображень

Зображення, що отримується за допомогою металографічного мікроскопа, не є досконалим, а має ряд *аберацій* – спотворень зображень в реальних оптичних системах, які обумовлені відхиленням променя від того напрямку, в якому він повинен був би розповсюджуватися в ідеальній оптичній системі. До основних з них відносять сферичну та хроматичну аберації, кривизну поля зображення, кому і астигматизм.

Сферична аберація пов'язана з тим, що промені, які проходять крізь центральну ділянку лінзи, мають більш довгий шлях в склі, ніж периферичні. Тому такі промені фокусуються в різних місцях, що викликає появу нечіткого зображення.

Хроматична аберація пов'язана з властивістю лінз по-різному заломлювати кольорові складові білого світла і виявляється в утворенні кольорового забарвлення країв зображення.

Кривизна поля зображення проявляється в неможливості одночасно якісно фокусувати центральну і периферичну ділянки поля зору (*поле зору* – площа ділянки поверхні об'єкта, що спостерігається).

Кома виникає при косому проходженні променів через оптичну систему. При цьому зображення точки зразка має вигляд комети.

Астигматизм – спотворення зображення вздовж різних напрямків. Внаслідок цього кожна точка спостерігається розмитим еліпсом, все зображення також стає розмитим.

Для покращення якості зображення використовують діафрагми, які дозволяють скомпенсувати ці недоліки (рис. 2.3).

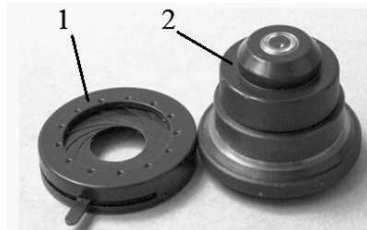


Рисунок 2.3 – Зовнішній вигляд апертурної діафрагми (1) та конденсора (2) металографічного мікроскопа

В деяких з них використовують комбінації лінз з різною кривизною поверхні, заломлюючою здатністю, виготовлених з різних сортів оптичного скла (наприклад, колектор, конденсор). Також діафрагми можуть просто обмежувати кількість світла, що проходить крізь них (наприклад, апертурна чи польова діафрагми).

2 Конструкція металографічних мікроскопів

На рисунку 2.4 наведено загальний вигляд інверсійного мікроскопа МИМ-7 та позначені елементи його конструкції.

Конструкція мікроскопа ММР-2Р є аналогічною будові мікроскопа МИМ-7 (дод. А, рис. 1).

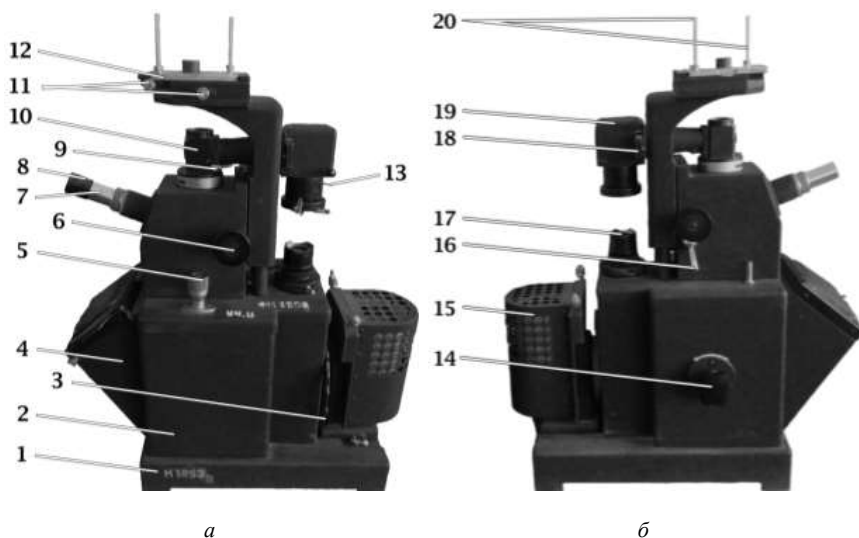


Рисунок 2.4 – Зовнішній вигляд металографічного мікроскопа МИМ-7: *а* – вид справа, *б* – вид зліва: **1** – основа, **2** – корпус, **3** – світлофільтри, **4** – фотокамера, **5** – мікрометричний гвинт, **6** – макрометричний гвинт, **7** – візуальний тубус, **8** – окуляр, **9** – рукоятка вмикання діафрагми темного поля, **10** – ілюмінаторний тубус, **11** – гвинти переміщення предметного столика, **12** – предметний столик, **13** – польова діафрагма, **14** – рукоятка для повороту барабану з трьома фотоокулярами, **15** – освітлювач в кожусі, **16** – стопорний пристрій для макровинта, **17** – апертурна діафрагма, **18** – рамка з лінзою для роботи в світлому і темному полях, **19** – кожух з пентапризмою, **20** – тримачі зразка

Будь-який металографічний мікроскоп складається з трьох систем:

- оптичної;
- освітлювальної;
- механічної.

2.1 Механічна система металографічного мікроскопа

До *механічної* системи мікроскопа належать основа, корпус, тубус, револьверна головка для швидкої зміни об'єтивів, макрометричний та мікрометричний гвинти, предметний столик з фіксаторами для зразків.

Основа зазвичай є масивною та важкою для забезпечення стійкості мікроскопа (рис. 2.4, поз. 1). На ній закріплюються всі інші деталі

мікроскопа. Корпус мікроскопа забезпечує правильне та стабільне взаємне розташування елементів його освітлювальної та оптичної систем (рис. 2.4, поз. 2). Тубус забезпечує потрібне взаємне розташування об'єктива та окуляра і являє собою трубку, в яку вставляється окуляр (рис. 2.4, поз. 7). Для ліквідації відблисків тубус зсередини покривають чорною світлопоглинаючою фарбою.

Макрометричний гвинт (рис. 2.4, поз. 6) використовують для переміщення тубуса з метою вивчення об'єкта при малому збільшенні, а також для первинного фокусування мікроскопа. Мікрометричний гвинт (рис. 2.4, поз. 5) використовують для точного фокусування мікроскопа.

На предметному столику (рис. 2.4, поз. 12) розміщують досліджуваній об'єкт робочою поверхнею донизу. Для забезпечення нерухомості зразка його закріплюють клемами (рис. 2.4, поз. 20). Для зразків різного розміру в мікроскопі передбачено декілька підкладників з різними отворами. З метою зміни місця огляду поверхні зразка предметний столик може переміщуватися в двох взаємно перпендикулярних напрямках за допомогою гвинтів (рис. 2.4, поз. 11).

2.2 Освітлювальна система металографічного мікроскопа

До освітлювальної системи металографічного мікроскопа належать джерело світла, серія лінз, світлофільтрів і діафрагм.

В якості освітлювача використовують низьковольтні електричні лампи розжарювання, що вмикаються в мережу через понижуючий трансформатор. На сьогодні також часто застосовують спеціальні галогенні лампи, що мають наблизений до природнього білого світла спектр та не викликають викривлення ходу світлового променя.

Діафрагми в мікроскопі застосовуються для нівелювання дії аберацій, що виникають в оптичній системі. Розрізняють колектор, конденсор, апертурну та польову діафрагми. Колектор є лінзою чи системою лінз, що розташовується поблизу джерела світла та створює світловий потік, який заповнює апертуру конденсора. Апертура –

характеристика оптичного приладу, що описує його здатність збирати світло і протистояти розмиттю деталей зображення. Залежно від типу оптичної системи ця характеристика може бути лінійною (числова апертура) або кутовою (кутова апертура). *Числова апертура* дорівнює добутку показника заломлення середовища між предметом і об'єктивом та синусом апертурного кута. *Апертурний кут* – це кут між крайнім променем конічного світлового пучка на вході (виході з) оптичної системи та її оптичною віссю. *Конденсор* (рис. 2.3, поз. 2) використовується для регулювання інтенсивності освітлення об'єкта. Він створює не лише покращене освітлення, але і більш високу якість зображення, забезпечуючи можливість регулювання контрастності, яскравості, глибини різкості та рівномірності освітлення. Конструкція конденсора тим складніша, чим більшою є його апертура.

Апертурна та польова діафрагми є ірисовими діафрагмами, тобто складаються з тонких серпоподібних пластинок, що заходять одна на одну. *Апертурна* діафрагма (рис. 2.3, поз. 1) обмежує пучок променів, які виходять з осьової точки до оптичної системи. Чим більше розкрита апертурна діафрагма, тим інтенсивнішим є світловий потік, що потрапляє на зразок, і тим більшою буде яскравість зображення. *Яскравість* зображення визначається (окрім конструктивних особливостей мікроскопа) інтенсивністю світлового потоку від освітлювача та розкриттям апертурної діафрагми. Розкриття апертурної діафрагми одночасно зменшує глибину різкості. *Глибина різкості* – здатність приладу отримувати сфокусоване зображення виступів та впадин на поверхні об'єкта одночасно. Вона залежить від характеристик об'єктива (обернено пропорційна його числовій апертурі і прямо пропорційна *фокусній відстані* – відстані від центру об'єктива до фокусу) та від розкриття апертурної діафрагми.

Польова діафрагма (рис. 2.4, поз. 13) обмежує поле зору об'єкта. Вона розташовується в безпосередній близькості від одного з фокусів оптичної системи. Закриття польової діафрагми, зменшуючи поле зору, збільшує контрастність зображення, тому що при цьому відсікаються

розсіяні світлові промені. *Контрастність* зображення характеризується відношенням різниці яскравостей об'єкту і фону до їх суми. Вона залежить від якості підготовки об'єкта, розкриття польової діафрагми, способу освітлення, світла, що використовується та інших спеціальних способів підсилення контрасту.

Світлові фільтри (рис. 2.4, поз. 3) пропускають промені відповідної довжини хвилі. Так, наприклад, застосування жовто-зеленого світлофільтру дозволяє більш чітко спостерігати особливості мікроструктури. Також вони зменшують хроматичну аберацію.

2.3 Оптична система металографічного мікроскопа

До *оптичної системи* мікроскопа належать об'єктив, окуляр та деякі допоміжні елементи. *Об'єктиви* в більшості сучасних світлових мікроскопів змінні та обираються у відповідності до умов досліджень. В залежності від конструкції мікроскопа об'єктиви закріплюються різним чином (рис. 2.5): по одному в тубусі (наприклад, в МИМ-7 – для зміни необхідно витягнути один та вставити інший), або одразу декілька в револьверній насадці (наприклад, в ММР-2Р – для зміни необхідно повернути головку).



Рисунок 2.5 – Типи закріплення об'єктивів в металографічних мікроскопах: *а* – МИМ-7, *б* – ММР-2Р

Об'єктив мікроскопа є складною оптичною системою, яка містить фронтальну та набір внутрішніх лінз (рис. 2.6, *а*). Фронтальна лінза

забезпечує побудову зображення, визначає робочу відстань і числову апертуру об'єктива. Набір внутрішніх лінз забезпечує необхідне збільшення, фокусну відстань, якість зображення, визначає висоту об'єктива і довжину тубуса. Якість зображення, яке створює об'єктив залежить від складності його оптичної системи. Загальна кількість лінз в складному об'єктиві може доходити до 14.

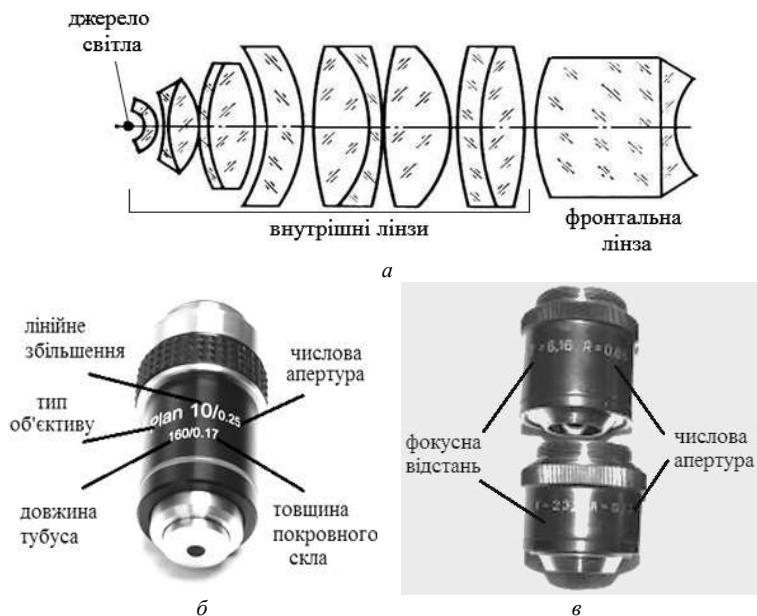


Рисунок 2.6 – Об'єктив металографічного мікроскопа: *а* – типова оптична схема, *б* – маркування об'єктива загального призначення, *в* – маркування об'єктива для МИМ-7 та ММР-2Р

За якістю об'єктиви розділяють на ахроматичні, апохроматичні та планоб'єктиви (об'єктиви плоского поля). Ахроматичні об'єктиви виправляють аберацию двох хвиль – червоного і фіолетового спектрів, окрім цього такі лінзи виправляють сферичну аберацию, кому, астигматизм та сферохроматичну аберацию. Маркуються вони буквами «Achr» (Achromat). Апохроматичні об'єктиви виправляють аберацию трьох хвиль (червоного, фіолетового та жовтого спектрів), а також сферичну аберацию,

кому, астигматизм. Маркуються буквами «Аро» (Achromat). Планоб'єктиви оснащені системою мікролінз, які виправляють кривизну зображення і забезпечують його різкість. Планоб'єктиви, які додатково виправляють хроматичні аберації, називають планахроматами, кому – аплакатами, астигматизм – анастигматами. Відповідно об'єктиви маркуються – Plan, Plan-Aro, Plan-Achr, Achroplan (рис. 2.6, б).

Розглянемо детально параметри об'єктива, що можуть бути позначені на ньому.

Окрім якості, ще одним з параметрів, який зазначається на об'єктиві мікроскопа, є збільшення (рис. 2.6, б). Розрізняють об'єктиви: малих збільшень – до 10×, середніх – до 50×, великих – більш 50×, надвеликих – більше 100×.

Після ступеню збільшення наводять числову апертуру об'єктива (рис. 2.6 б-в). Розрізняють об'єктиви малих – до 0,25, середніх – до 0,65 та великих числових апертур – більше 0,65. Також існують об'єктиви зі збільшеними числовими апертурами для корекції оптичних аберацій та спеціальних методів дослідження.

Наступний параметр, що зазначається на об'єктиві – довжина тубуса (рис. 2.6, б). Є два типа об'єктивів – для кінцевої довжини тубуса у 160 мм та об'єктиви, скориговані на нескінченність (∞). В оптичній системі, що скоригована на нескінченність, світло проходить від об'єкта крізь об'єктиви без формування проміжного зображення, а формує зображення одразу на екрані. Це дозволяє зменшити додаткові оптичні аберації.

Далі на об'єктиві позначають товщину покривного скла, з яким потрібно працювати (рис. 2.6, б). Стандартне покривне скло – 0,17 мм, позначки «0» або «-» свідчать, що об'єктив може працювати як з покривним склом будь-якої товщини, так і взагалі без нього.

На об'єктиві обов'язково зазначають тип імерсійної рідини, яка заповнює простір між об'єктом та об'єктивом. Застосування імерсійної рідини збільшує числову апертуру та зменшує розсіювання світла. Імерсійною рідиною може бути дистильована вода, кедрова олія, гліцерин.

На об'єктиві відповідно ставлять позначку: масляна імерсія (Oil), водна імерсія (W) або гліцерина імерсія (Glyz).

На об'єктивах мікроскопів МИМ-7 позначають лише фокусну відстань та числову апертуру, а на об'єктивах більш сучасних мікроскопів – все вищенаведене.

Деякі параметри об'єктивів, що застосовуються в металографічних мікроскопах МИМ-7 та ММР-2Р наведено в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Характеристики ахроматичних об'єктивів

Фокусна відстань, F , мм	Числова апертура, A	Збільшення	Робоча відстань, мм
23,2	0,17	8,6	6,2
8,2	0,37	24,4	2,6
6,3	0,65	31,5	0,82
4,3	0,95	46,5	0,16

Окуляри в металографічних мікроскопах застосовують трьох типів: звичайні (Гюйгенса), компенсаційні і проєкційні. Звичайні окуляри застосовують при роботі з ахроматичними об'єктивами. Вони складаються з очної лінзи та двох плоско-опуклих лінз, опуклість яких направлена до об'єктива, а між ними розташовується діафрагма (рис. 2.7, б). Збільшення звичайних окулярів – до 15 \times .

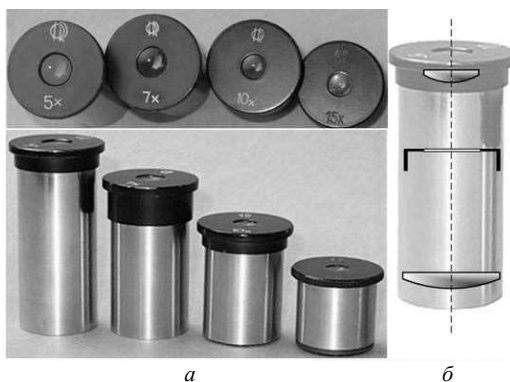


Рисунок 2.7 – Зовнішній вигляд (а) та розріз (б) звичайних окулярів металографічних мікроскопів

Компенсаційні окуляри застосовують з апохроматичними об'єктивами і мають більш складну оптичну систему: одна з лінз складається з плоско-увігнутої і подвійно-увігнутої лінз, друга лінза – подвійно-увігнута. Збільшення компенсаційних окулярів – до 25×. Проекційні окуляри використовують для фотографування шліфів.

Збільшення окуляра є меншим, ніж об'єктива, і підбирається таким чином, щоб можна було достатньо чітко роздивитися зображення, яке створюється об'єктивом. Якщо збільшення окуляра занадто мале, то деякі деталі мікроструктури, отримані об'єктивом, не будуть виявлені; в той же час при занадто великому збільшенні окуляра нові особливості мікроструктури не виявляються, а якість зображення погіршується та зменшується поле зору. Деякі параметри окулярів наведено в таблиці 2.2.

Таблиця 2.2 – Характеристики типових окулярів

Тип окуляра	Збільшення	Фокусна відстань, мм	Лінійне поле зору, мм
Гюйгенса	10×	25	14
Гюйгенса з перехрестям	10×	25	14
Ортоскопічний	12,5×	20	16
Компенсаційний	15×	16,6	11
Компенсаційний	25×	12,6	9

Для визначення розмірів елементів мікроструктури при металографічному аналізі використовують окуляр-мікрометри, які являють собою окуляри зі вставленими в них скляними пластинками з нанесеною шкалою (рис. 2.8).

Ціна поділки шкали окуляр-мікрометра залежить від збільшення мікроскопа. Для її визначення використовують об'єкт-мікрометр (рис. 2.9).

Об'єкт-мікрометр – це скляна пластинка з осадженим шаром хрому. На поверхні хрому нанесено шкалу довжиною 1 мм з ціною поділки 0,01 мм. Скляна пластинка зі шкалою вклеєна в сталеву оправу, яка має розміри предметного скла.

Для визначення ціни поділки шкали окуляр-мікрометра його вставляють в тубус мікроскопа, а об'єкт-мікрометр закріплюють на

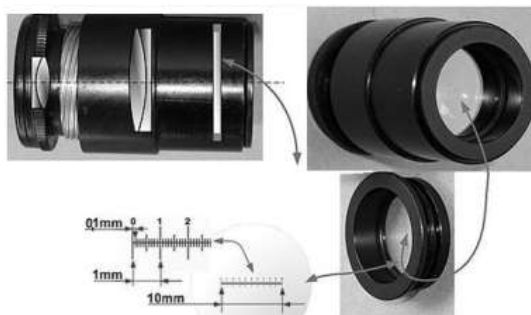
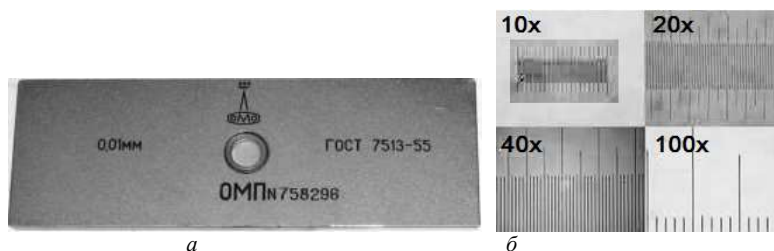


Рисунок 2.8 – Окуляр-мікромір металографічного мікроскопа

Рисунок 2.9 – Об'єкт-мікромір: *a* – зовнішній вигляд, *б* – розмір шкали при різних збільшеннях

предметному столику шкалою до об'єктива. Мікроскоп фокусують на чітке зображення об'єкт-мікромітра в площині шкали окуляр-мікромітра (рис. 2.10, *a*). Поворотом шкали окуляра досягають паралельності штрихів обох шкал. Підраховують кількість поділок n шкали окуляр-мікромітра, що потрапили на відрізок L шкали об'єкт-мікромітра (рис. 2.10, *б*). Ціну поділки шкали окуляра визначають за формулою:

$$E = 0,01 \cdot L/n \quad (2.1)$$

В металографічних мікроскопах використовують дві основні методики освітлення: світлого і темного поля. При світлопольному методі світлі ділянки зображення формуються променями, що відбилися від поверхні об'єкта та потрапили в об'єктив. Темні ділянки в цьому випадку

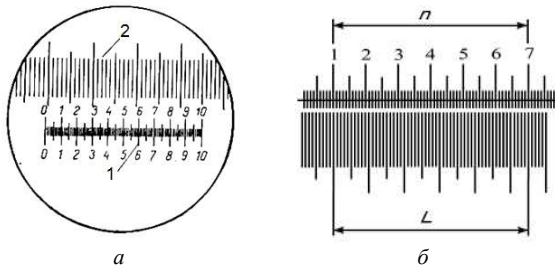


Рисунок 2.10 – Визначення ціни поділки шкали окуляр-мікрометра: *a* – фокусування обох шкал (1 – окуляр-мікрометр, 2 – об’єкт-мікрометр), *б* – для визначення ціни поділки

відповідають ділянкам поверхні, які відбили промені таким чином, що вони не потрапили в об’єктив (рис. 2.11).

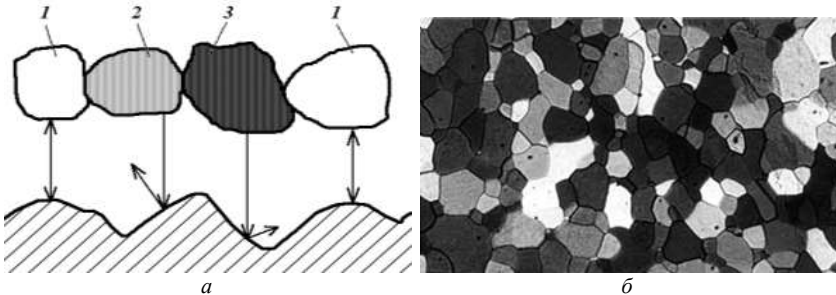


Рисунок 2.11 – Формування зображення поверхні зразка при світлопольній методиці освітлення: *a* – схема, *б* – поверхня мікрошліфа

При темнопольному освітленні контраст зображення суттєво підвищується, оскільки перетворюється в протилежний по відношенню до методу світлого поля: світлі ділянки стають темними, а темні – світлими (рис. 2.12).

Світлопольне освітлення утворюється при падінні пучка променів по нормалі до поверхні об’єкта, а темнопольне – шляхом утворення пучка променів, що падають на об’єкт по конічній поверхні, вісь якої співпадає з нормаллю до поверхні об’єкта, а кут при вершині перевищує апертурний кут фронтальної лінзи об’єктива. У цьому випадку світлові промені відбиваються в об’єктив не всією поверхнею зразка, а лише тими ділянками, що нахилені по відношенню до неї, інші ділянки будуть темними. Тому дослідження в темному полі не характеризує

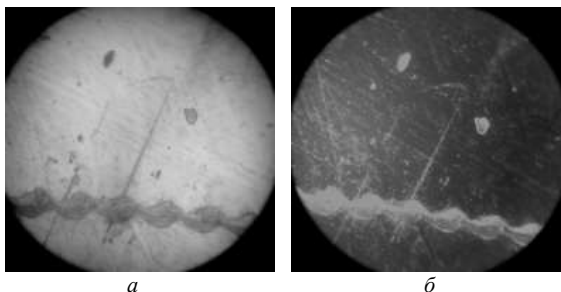


Рисунок 2.12 – Зображення мікроструктури при світлопольному (а) та темнопольному освітленні (б)

мікроструктуру матеріалу повністю, а є лише додатковим методом. Темнопольне зображення застосовують при вивченні мікроструктур, в яких є структурні елементи з різною розсіювальною здатністю.

В деяких випадках об'єкт досліджують в поляризованому світлі. Для цього при світлопольному методі освітлення в хід падаючого пучка променів вставляють поляризатор, а в хід відбитого – аналізатор, площина поляризації якого може складати кут від 0 до 90° з площиною поляризації поляризатора. Якщо на поверхні об'єкта є ділянки, що по-різному повертають площину поляризації відбитих променів, то ці ділянки будуть мати різний контраст.

На рисунку 2.13 наведено хід світлових променів в оптичній системі мікроскопа МИМ-7.

При роботі мікроскопа в режимі світлого поля (рис. 2.13, а) світлові промені від освітлювача **1** проходять крізь колектор **2** та світловий фільтр **3**, а потім відбиваються від дзеркала **4** та потрапляють на апертурну діафрагму **6** (яка потрібна для обмеження пучка світла та отримання високої якості зображення). Далі крізь фотозатвор **8** та польову діафрагму **9** (яка потрібна для обмеження освітлюваного поля зору на поверхні об'єкта) промені заломлюються в пентапризмі **10** та проходять крізь лінзу світлого поля **11**. Після цього вони відбиваються від пластинки **14**, проходять крізь об'єтив **13** та потрапляють на робочу поверхню зразка **12**, що встановлений на предметному столику мікроскопа. Відбившись від зразка, промені знову проходять крізь об'єтив **13** і, виходячи з нього

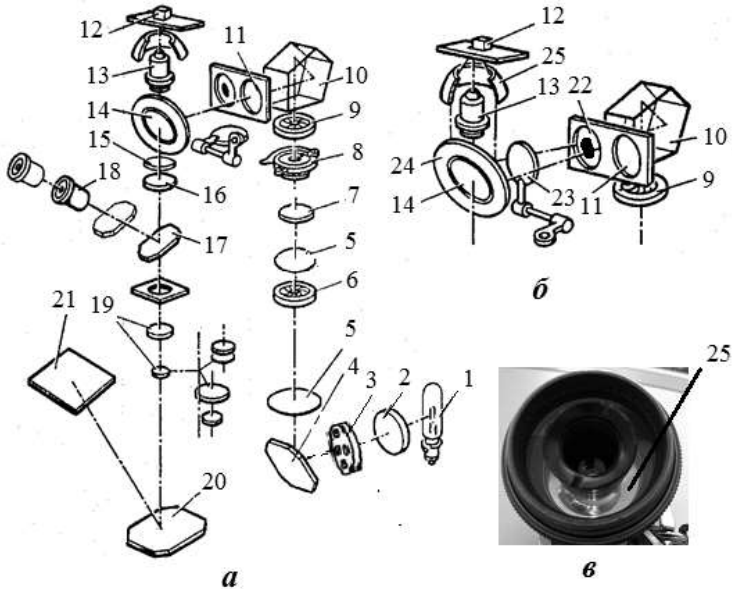


Рисунок 2.13 – Оптична схема мікроскопа МИМ-7 (*а* – хід променів при роботі в світлому полі, *б* – при роботі в темному полі, *в* – протилежний бік об’єктива мікроскопа): **1** – освітлювач; **2** – колектор; **3** – світловий фільтр; **4** – дзеркало; **5** – ахроматична лінза; **6** – апертурна діафрагма; **7** – поляризатор; **8** – фотозатвор; **9** – польова діафрагма; **10** – пентапризма; **11** – лінза світлого поля; **12** – зразок; **13** – об’єктив; **14** – відбиваюча пластинка; **15** – аналізатор; **16** – ахроматична лінза; **17** – дзеркало; **18** – окуляр; **19** – фотоокуляр; **20** – дзеркало; **21** – фотопластинка або матове скло; **22** – лінза темного поля; **23** – заслінка (вмикається при роботі в темному полі); **24** – кільцеве дзеркало; **25** – параболічне дзеркало

паралельним пучком, потрапляють на відбиваючу пластинку **14** і ахроматичну лінзу **16**.

При *візуальному спостереженні* в хід променів вводиться дзеркало **17**, яке відхиляє їх в бік окуляра **18**. При *фотографуванні* дзеркало **17** вмикається та промені направляються безпосередньо до фотоокуляра **19**, а потім відбиваються від дзеркала **20** та потрапляють на фотопластинку **21**.

При *спостереженні зображення на екрані* фотопластинка замінюється на матове скло, на якому і можна спостерігати зображення.

Для спостереження в *поляризованому світлі* в систему вводяться поляризатор **7** та аналізатор **15**.

Оптична система мікроскопа для дослідження поверхні зразка в темному полі (рис. 2.13, б) відрізняється від описаної вище схеми для світлого поля тим, що замість лінзи **11** встановлюється лінза темного поля **22**. Центральна частина однієї з поверхонь лінзи **22** покрита чорним непрозорим лаком у вигляді диску, який затримує центральну частину світлового пучка і пропускає лише периферичні промені, які падають на кільцеве дзеркало **24**. Для того, щоб світлові промені гарантовано не потрапляли на відбиваючу пластинку **14**, вводиться заслінка **23**. Відбившись від дзеркала **24**, промені потрапляють на внутрішню поверхню параболічного дзеркала **25** і потім концентруються на поверхні зразка. Подальший хід променів є аналогічним світлому полю.

Оптична схема мікроскопа ММР-2Р є аналогічною, але має деякі конструктивні відмінності (дод. А, рис. 2).

2.4 Вибір оптики, підготовка мікроскопа до роботи, рекомендована послідовність виконання металографічного аналізу

Для правильного вибору об'єктива та окуляра для проведення металографічного аналізу необхідно виконати три кроки:

- визначити необхідне доцільне збільшення (загальне збільшення об'єкта, що досягається в металографічному мікроскопі, дорівнює добутку збільшень об'єктива і окуляра);

- знайти необхідне значення числової апертури об'єктива та обрати з наявних той, числова апертура якого задовольняє умовам;

- знайти необхідне збільшення окуляра.

Роздільна здатність характеризується мінімальною відстанню між двома точками досліджуваного зразка, які можна окремо розрізнити. Чим менша ця відстань, тим більшою є роздільна здатність. Точки, що розташовані на менших відстанях, мікроскопом не розрізняються, тобто їх можна спостерігати як одну точку.

Роздільна здатність мікроскопа залежить від роздільної здатності об'єктива і розраховується за рівнянням (2.2):

$$\delta_m = 0,61 \lambda / A, \quad (2.2)$$

де δ_m – роздільна здатність; λ – довжина хвилі світла (при застосуванні немонохроматичного світла це зазвичай найменша довжина хвилі, що характеризує його спектр, або довжина хвилі, інтенсивність якої максимальна (деякі значення довжини світлових хвиль наведено в таблиці 2.3); A – числова апертура об’єктива, яка розраховується за формулою (2.3):

$$A = n \cdot \sin u', \quad (2.3)$$

де n – показник заломлення середовища, що розділяє світлову точку та об’єктив; u' – половина кута розходження пучка світла, що потрапляє в об’єктив.

Таблиця 2.3 – Довжина хвилі основних кольорів спектру

Колір	Довжина хвилі, нм	Колір	Довжина хвилі, нм
Червоний	700	Зелений	530
Помаранчевий	600	Блакитний	495
Жовтий	580	Синій	465
Жовто-зелений	560	Фіолетовий	415

Чим більша апертура, тим більш дрібні деталі об’єкта можна роздивитися під мікроскопом.

При використанні білого світла довжина хвилі становить $\lambda = 589$ нм.

Наявність границі роздільної здатності у об’єктива дозволяє ввести поняття граничного або корисного (доцільного) збільшення мікроскопа. Доцільне збільшення мікроскопа (N_δ) – це збільшення, при якому може бути досягнута границя роздільної здатності об’єктива. За визначенням:

$$N_\delta = \delta_{ока} / \delta, \quad (2.4)$$

де $\delta_{ока}$ – границя роздільної здатності ока людини; δ – роздільна здатність мікроскопа. Підставляючи відповідні числові значення ($\delta_{ока} = 200$ мкм, $\lambda = 589$ нм при використанні білого світла), отримаємо значення, що

знаходяться в інтервалі $N_d = (500 \div 1000) A$. Ця формула була отримана Аббе та зазвичай записується у вигляді:

$$500 A \leq N_d \leq 1000 A \quad (2.5)$$

Застосування збільшення менше $500 A$ не дозволить дослідити всі деталі об'єкта, оскільки границя роздільної здатності ока в цьому випадку менша за ту, що забезпечує мікроскоп. Збільшення, що перевищує $1000 A$ не дозволяє виявити нові деталі об'єкта, оскільки роздільна здатність оптики використана повністю.

При розрахунках доцільного збільшення мікроскопа необхідно скористатися формулою (2.4). Далі за формулою (2.6) знаходять значення числової апертури об'єктива:

$$N_d/1000 \leq A \leq N_d/500 \quad (2.6)$$

та користуючись даними з таблиці 2.1, обирають з наявних той, числова апертура якого задовольняє умовам. Знаючи збільшення об'єктива ($N_{об}$), знаходять необхідне збільшення окуляра ($N_{ок}$) за формулою (2.7):

$$N_{ок} = N_d/N_{об} \quad (2.7)$$

З всього вищезазначеного виходить, що всі три параметри якості зображення можуть регулюватися шляхом налаштування апертурної та польової діафрагм і вибором способу освітлення.

При налаштуванні апертурної діафрагми необхідно кольорову окантовку, що виникає за рахунок хроматизму колекторної лінзи, вивести за межі отвору діафрагми. При налаштуванні польової діафрагми необхідно розкрити її так, щоб її зображення співпало з полем зору окуляра, або трохи перекривало його.

Після того як оптика підібрана і встановлена в мікроскоп, а діафрагми налаштовані, на предметному столику закріплюють підготовлений мікрошліф, вмикають освітлювач та за допомогою макро- та мікрогвинтів фокусують зображення.

Рекомендується наступна послідовність при дослідженні мікроструктури зразка:

1. Підготовлений мікрошліф необхідно дослідити при невеликому збільшенні (70–100×) для того, щоб мати уявлення про його однорідність та обрати ділянки для подальшого детального дослідження. Для цього макрометричним гвинтом предметний столик піднімають до упору та вставляють в ілюмінаторний тубус обраний об'єктив. Потім в тубус вставляють обраний окуляр.

2. Дослідження при середніх (~400×) та великих (~800×) збільшеннях виконують після ретельного налаштування апертурної і польової діафрагм, та вибору об'єктива, застосовуючи режим світлого поля.

Внаслідок того, що при зростанні збільшення мікроскопа величина поля зору скорочується, для отримання достовірної інформації дослідження мікроструктури потрібно виконувати в декількох полях зору. Це особливо важливо, якщо попередній аналіз виявив неоднорідності будови зразка. Для зручності підбору необхідної оптики в таблиці 2.4 наведено збільшення мікроскопа, які будуть забезпечуватися при використанні відповідного комплекту «об'єктив – окуляр».

Таблиця 2.4 – Збільшення мікроскопа та поле зору в площині об'єкта при візуальному спостереженні

Об'єктиви	Окуляри					
	12,5×		15×		20×	
	Збільшення	Поле зору	Збільшення	Поле зору	Збільшення	Поле зору
$F = 23,2 A = 0,17$	100	1,9	130	1,3	170	1,0
$F = 8,2 A = 0,37$	300	0,6	370	0,5	490	0,4
$F = 6,3 A = 0,65$	400	0,5	490	0,3	650	0,3
$F = 4,8 A = 0,95$	580	0,3	700	0,2	930	0,2

3. Для підсилення контрасту зображення та виявлення дрібних деталей мікроструктури використовують спеціальні методи металографічного аналізу – темнопольного чи поляризованого освітлення тощо.

4. Щоб прибрати з зображення всі кольори, що виникають внаслідок нескоригованості об'єктива, застосовують жовто-зелений світлофільтр.

Максимальну контрастність зображення забезпечує світлофільтр, колір якого доповнює колір поверхні зразка. Фокусування мікроскопа потрібно виконувати з тим світлофільтром, з яким буде досліджуватися мікроструктура.

5. Фотографування мікроструктури виконують як в окремих полях зору, так і панорамним методом, при якому окремі поля перекриваються. Перед фотографуванням необхідно перевірити рівномірність освітлення поля та точність фокусування зображення на екрані чи в фотокамері.

3 Основи якісних та кількісних методик металографічного аналізу

За допомогою металографічного аналізу можливе визначення якісних та кількісних характеристик мікроструктури матеріалу.

Якісним методом металографії є опис фаз, видимих на поверхні мікрошліфа, аналіз рівномірності їх розподілу на поверхні та наявності пор та інших неоднорідностей тощо.

Кількісна металографія – система методик дослідження, за допомогою яких кількісно оцінюють геометричні параметри просторової мікроскопічної будови металів і сплавів за вимірюваннями на плоских перетинах.

Найбільш важливим параметром мікроскопічної будови матеріалів є розмір зерна, від якого суттєво залежать механічні властивості виробів, поведінка матеріалу при різних процесах термічної та механічної обробки, обробки тиском. Наприклад, відомо, що зі зменшенням розміру зерна збільшується межа текучості гомогенних сплавів. Також встановлено, що при однаковій твердості і міцності ударна в'язкість дрібнозернистої сталі значно перевищує ударну в'язкість грубозернистої.

3.1 Порядок визначення розміру структурного елемента

Після налаштувань мікроскопа та визначення ціни поділки шкали окуляра можна переходити до металографічного аналізу. Для цього:

- підготовлений мікрошліф закріпити на предметному столику робочою поверхнею донизу;
- сфокусувати зображення;
- обертанням ручок переміщення предметного столику роздивитися поверхню зразка в усіх напрямках;
- обрати ділянку поверхні з чітко окресленими зернами чи іншими структурними елементами;
- обрати об'єкт, розміри якого будуть визначатися, зобразити його в протоколі;
- встановити шкалу окуляр-мікрометра горизонтально;
- навести її на обраний елемент мікроструктури, переміщуючи предметний столик;
- порахувати кількість поділок шкали K , що знаходиться між границями структурного елемента;
- розрахувати розмір зерна D_1 за формулою (2.8):

$$D_1 = E \times K, \quad (2.8)$$

де E – ціна поділки шкали окуляра;

- встановити шкалу окуляр-мікрометра вертикально (поворотом окуляра);
- навести шкалу на місце найбільшого розміру того ж самого об'єкта, горизонтальні розміри якого шойно визначили;
- повторити процедуру визначення розміру та знайти D_2 ;
- розрахувати середній розмір структурного елемента за формулою (2.9):

$$D_{cp} = \frac{D_1 + D_2}{2} \quad (2.9)$$

Даний розрахунок можна виконувати, якщо розміри у двох взаємно перпендикулярних напрямках не відрізняються один від одного більше ніж на 5%.

3.2 Визначення розміру кристалітів. Основні параметри

В однофазній структурі полікристалічного матеріалу розміри зерен залежать від кількості зародків (наприклад, центрів кристалізації) і лінійної швидкості їх росту. Якщо центри кристалізації рівномірно розподілені за об'ємом і швидкості росту зародків у різних напрямках однакові, то зерна, що утворюються, виявляються опуклими багатогранниками, за формою близькими до кубічного октаедра (рис. 2.14, *a*). При цьому середній кут між гранями в плоскому перетині дорівнюватиме 120° , а кількість зерен, що мають спільне ребро, дорівнюватиме трьом. Це обумовлює те, що плоский перетин зерен найчастіше має форму, подібну до форми правильного шестикутника.

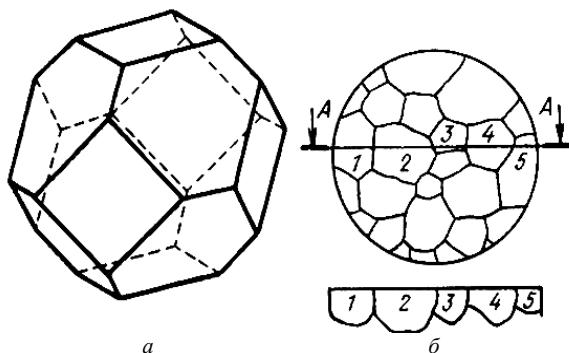


Рисунок 2.14 – Типова об'ємна форма зерна (*a*) і перетин зеренної структури (*b*) випадковою площиною (шліфом) по А-А

Для кількісної оцінки матеріалу з подібною структурою використовують наступні параметри:

- середній плоский діаметр зерна на площині шліфа d (мкм або мм);
- середній об'ємний діаметр – D (мкм або мм);
- питома поверхня границь зерен (в одиниці об'єму) – S_V ($\text{мм}^2/\text{мм}^3$);

- кількість зерен в одиниці об'єму – $N_V (1/\text{мм}^3)$;
- бал (номер) зерна – умовне число, що збільшується при подрібненні зерна.

Всі перераховані характеристики є усередненими величинами і не описують нерівномірність розподілу зерен за розмірами. Для врахування того, що номер зерна в матеріалі не є постійним, а має деякий розкид за значеннями, використовують розподіл зерен за розмірами – функцію $N_V(D)$ і її характеристики.

Надалі буде послідовно розглянуто взаємозв'язок між даними характеристиками, зазначена область їх використання і описані основні експериментальні методики їх визначення.

Найбільш простими в розрахунках характеристиками є плоский діаметр d і об'ємний діаметр D кристаліту. При цьому слід враховувати, що об'ємний діаметр D завжди більший, ніж середній плоский діаметр d , оскільки площа шліфа лише в окремих випадках проходить через центр зерна (рис. 2.13, б). Середні величини \bar{D} і \bar{d} зв'язані між собою приблизним співвідношенням:

$$\bar{d} \cong \frac{8}{3\pi} \bar{D} \approx 0,85\bar{D} \quad (2.10)$$

Проте, на практиці величини \bar{d} і \bar{D} приймають рівними одна одній.

Легко встановити зв'язок між питомою поверхнею границь зерен S_V і діаметром зерен (d або D). Поверхня сфери діаметром D дорівнює πD^2 , а з урахуванням того, що кожна границя відноситься до двох зерен, – $\pi D^2/2$. Розділивши цю поверхню на об'єм зерна $\pi D^3/6$, отримаємо питому поверхню:

$$S_V = 3/\bar{D} \quad (2.11)$$

Велика кількість фізичних і механічних властивостей мають істотну залежність від питомої поверхні границь зерен S_V . Так, наприклад, твердість і міцність, коерцитивна сила матеріалів мають лінійну залежність

від S_V в широкому інтервалі її зміни. Питома поверхня границь S_V є більш зручною характеристикою структури, ніж діаметри зерен, оскільки вони втрачають фізичний зміст у випадку істотної відмінності форми зерна від сферичної.

3.3 Якісний аналіз розмірів зерен на площі шліфа

Бальна оцінка є простою методикою визначення розміру зерна. Ця наближена методика знаходить широке застосування на практиці завдяки простоті і швидкості експерименту. За цією методикою деякій структурі з середньою площею зерна $A_0 = 0,128 \text{ мм}^2$ (середнім діаметром $d = 0,38 \text{ мм}$) приписують номер (бал) $N = 0$. Розмір зерна досліджуваного матеріалу оцінюють відповідним балом (1-10 номер зерна) при збільшенні мікроскопа в 100 разів. Чим менший середній діаметр зерна, тим вищий бал за стандартною шкалою.

Оскільки еталонні зображення для визначення балу зерна (дод. Б) створені для певного збільшення ($100\times$), то при використанні іншого збільшення необхідно відповідним чином змінити бал зерна, використовуючи формулу (2.12) або дані таблиці 2.5:

$$N = N_g \pm K, \quad (2.12)$$

де N_g – номер зерна за стандартною шкалою при збільшенні g ; K – поправочний коефіцієнт, який розраховується за формулою:

$$K = 6,64 \lg(g/100) \quad (2.13)$$

Якщо використовується збільшення, яке перевищує $100\times$, то поправочний коефіцієнт K додається, якщо менше – віднімається.

Якщо в мікроструктурі спостерігається виражена різнозернистість, то величину зерна оцінюють двома балами, перший з яких характеризує переважну величину зерна. Якщо зерна переважаної величини займають більше 90% площі шліфа, то вказується тільки один бал зерна.

Таблиця 2.5 – Перерахунок балу зерна при використанні нестандартного збільшення

Збільшення	Бал зерен																	
	-3	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
100×	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10								
25×			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10						
50×								1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
200×													1	2	3	4	5	6
400×																		
800×																		

Бальну оцінку проводять не менш ніж в 10 полях зору, обираючи найбільш характерні ділянки мікрошліфа.

3.4 Кількісна оцінка середніх розмірів зерна

Методики кількісної оцінки середніх розмірів зерна істотно точніші за бальну оцінку і також є дуже поширеними. У цих методиках збільшене у g разів зображення досліджуваної структури проєктується на матове скло мікроскопа (можливе використання фотографії), на якому окреслюється прямокутник відомої площі F . Підрахувавши середню кількість зерен в середині прямокутника n , легко визначити середню площу одного зерна A за формулою:

$$A = \frac{F}{g^2 n} \tag{2.14}$$

У методичці Джефріса кількість зерен n , що потрапили в прямокутник, підраховують за формулою:

$$n = p + \frac{1}{2}q + 1, \tag{2.15}$$

де p – кількість зерен, що повністю знаходяться в прямокутнику; q – кількість зерен, що перетинаються стороною прямокутника (в середньому можна вважати, що в ньому знаходиться половина зерна); одиниця

враховує чотири зерна, що знаходяться в кутах зображення і в середньому належать йому на $1/4$ (рис. 2.16).

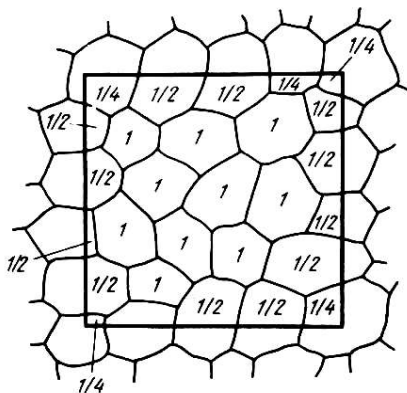


Рисунок 2.16 – Схема визначення кількості зерен, що потрапили в прямокутник (методика Джефріса)

Вимірювання середнього умовного діаметру зерна (методика чотирьох січних). Методика застосовується для рівновісних зерен приблизно однакового розміру. Довільним чином проводять чотири січні однакової довжини l . Підраховують кількість точок перетину січних з границями зерен. Визначають сумарну довжину січних $\Sigma L = 4l/g$ (де g – збільшення мікроскопа або фотографії) і сумарне число перетинів Σn . Значення середнього умовного діаметру зерна підраховують за формулою:

$$\bar{d}_{\text{ум}} = \frac{\Sigma L}{\Sigma n} \quad (2.16)$$

Після розрахунку діаметру зерна необхідно визначити похибку вимірювань.

3.5 Кількісна оцінка параметрів зерна в об'ємі

Визначення кількості зерен в 1 мм^3 . Для визначення величини зерна слабоорієнтованої мікроструктури на зображенні проводять три січні: одну – паралельно осі витягнутих зерен, другу – перпендикулярно, а третю – під

довільним кутом (зазвичай, близьким до 45°). Підраховують кількість зерен, що перетинаються кожною січною.

Кількість зерен n в 1 мм^3 визначають за формулою:

$$n = 0,7 \times n_1 \times n_2 \times n_3, \quad (2.17)$$

де $0,7$ – коефіцієнт, що враховує нерівноосність зерен; n_1, n_2, n_3 – кількість зерен, що перетинають січні на 1 мм їх довжини.

3.6 Визначення об'ємної частки структурної складової

Відносну кількість структурної складової виражають або в об'ємних долях V_V :

$$V_{V_i} = \frac{V_i}{V}, \quad (2.18)$$

де V_i – об'єм структурної складової; V – об'єм зразка, або в масових долях M_M :

$$M_{M_i} = \frac{M_i}{M}, \quad (2.19)$$

де M_i – маса структурної складової; M – маса зразка.

Зв'язок між V_{V_i} і M_{M_i} можна знайти, знаючи щільність структурної складової ρ_i і щільність зразка ρ_0 :

$$M_{M_i} = \frac{\rho_i V_{V_i}}{\rho_0} \quad (2.20)$$

Якщо значення щільності зразка ρ_0 невідоме, то його можна визначити із співвідношення:

$$\rho_0 = \sum_{i=1}^{N_c} \rho_i V_{V_i}, \quad (2.21)$$

де N_c – кількість структурних складових у сплаві.

Для обчислення ρ_0 необхідно знати щільність і об'ємну частку всіх структурних складових. Щільність зазвичай визначається з довідникової літератури, а частку структурних складових V_{Vi} знаходять методом кількісної металографії.

Якщо визначити експериментально V_{Vi} , то можна розрахувати M_{Mi} і потім визначити хімічний склад сплаву C_A . Достатньо лише знати склад кожної з N_c структурних складових:

$$C_{AO} = \sum_{i=1}^{N_c} C_{Ai} M_{Mi}, \quad (2.22)$$

де C_{AO} – масова концентрація елемента A у всьому сплаві; C_{Ai} – масова концентрація елемента A в окремих структурних складових.

За принципом Кавальєрі відносний об'єм структурної складової (V_V) дорівнює відносній площі, яку вона займає на площині шліфа (A_A), або, у свою чергу, відносній довжині, що вона займає на випадково проведеній січній (L_L), тобто:

$$V_V = A_A = L_L \quad \text{або} \quad V_V = \frac{V_i}{V} = \frac{A_i}{A} = \frac{L_i}{L}, \quad (2.23)$$

де A_i – площа i -тої структурної складової на шліфі площею A ; L_i – сумарна довжина відрізків, що потрапили на i -ту структурну складову; L – загальна довжина проведеної січної.

Оскільки пряме визначення об'єму, як правило, неможливе, то визначення V_{Vi} проводять або шляхом вимірювання площ A_i (точкова методика Глаголева), або шляхом вимірювання довжин L_i (лінійна методика Розівалія).

Точкова методика Глаголева базується на тому, що точки, випадково спроектовані на зображення структури, потрапляють на структурну складову з вірогідністю, пропорційною площі, яку вона займає на шліфі (рис. 2.17). Тому, якщо загальна кількість точок дорівнює n , причому на i -

ту структурну складову потрапило з них n_i , то об'ємна частка V_{Vi} буде дорівнювати:

$$V_{Vi} = A_{Ai} = \frac{n_i}{n} \quad (2.24)$$

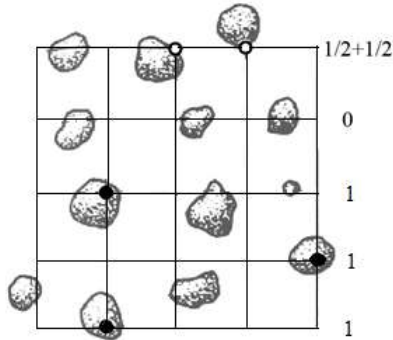


Рисунок 2.17 – Схема визначення об'ємної долі темної структурної складової (методика Глаголева): загалом 25 перехресть (точок); з них 4 потрапили на темну складову

У тому випадку, коли точка потрапляє на границю між структурними складовими, її приймають за $1/2$. Тобто загальна кількість n_i точок є сумою точок, що потрапили на структурну складову n_{i3} та на границю між ними $n_{i,sp}$: $n_i = n_{i3} + n_{i,sp}$. Як випадкові точки зручно обирати перехрестя квадратної сітки, вставленої в окуляр (рис. 2.18).

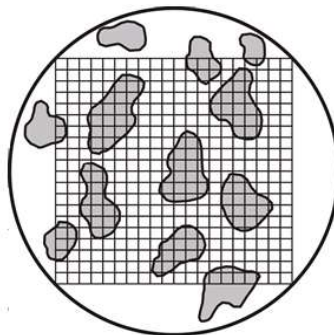


Рисунок 2.18 – Сітка для розрахунків за методикою Глаголева

Достовірні результати можна отримати при застосуванні сітки з розміром комірок, меншим за зерно досліджуваної фази, але достатньо великим для комфортного спостереження.

3.7 Розподіл зерен за розмірами

Введені вище величини є *усередненими*, і тому не дають уявлення про границі зміни відповідної характеристики, наприклад розміру зерна. У реальній структурі завжди зустрічаються зерна більші або дрібніші деякого середнього. Повнішу інформацію про структуру забезпечує розподіл зерен за розмірами, що характеризує відносне число зерен в K -розмірних групах, тобто частку зерен, що мають розмір в деякому інтервалі значень, наприклад від D_i до $D_i + H$, де H – крок розбиття, а i – номер розмірної групи. Типову криву розподілу зерен за розмірами для зразка відпаленого заліза представлено на рисунку 2.15. Можна бачити, що найчастіше зустрічаються зерна, розмір яких знаходиться в розмірній групі з границями від 5 до 7,5 мкм (їх більше 30 % від загальної кількості зерен). Проте через те, що розподіл не описується нормальним законом Гауса, середній розмір зерна складає 9,1 мкм.

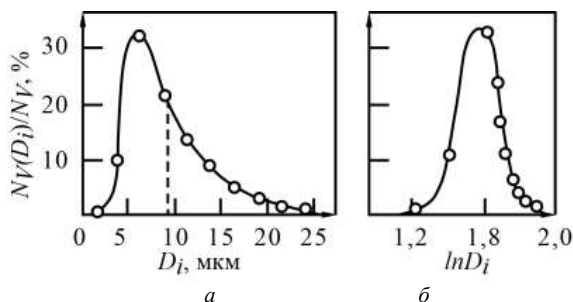


Рисунок 2.15 – Типова крива розподілу зерен за розмірами в лінійних (а) і напівлогарифмічних (б) координатах

Експерименти засвідчують, що у відпалених металах і сплавах розподіл зерен за розмірами є близьким до нормального, якщо по осі

абсцис відкласти не діаметр частинок, а його логарифм (рис. 2.15, б).
Такий розподіл називають логарифмічно нормальним.

3.8 Побудова розподілу зерен за розмірами за методикою хорд

Універсальною і простою методикою побудови розподілу зерен за розмірами є модифікація методики випадкових січних – методика хорд А.Г. Спектора. За цією методикою послідовно вимірюються довжини хорд l_i , утворених перетином випадкової січної довжиною L з границями зерен (рис. 2.19).

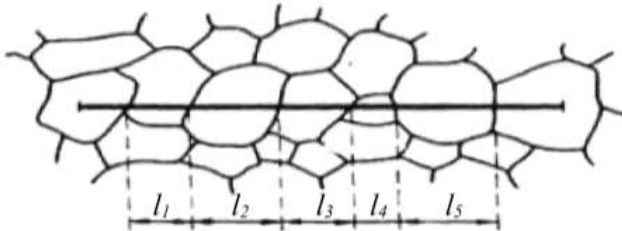


Рисунок 2.19 – Випадкова січна, накладена на зеренну структуру, і довжини хорд окремих зерен l_1 - l_5

Потім розбивають хорди на розмірні групи з кроком H , рівним закругленій довжині найбільшої хорди, що ділиться на обране число груп розбиття K :

$$H = \frac{l_{\max}}{K} \quad (2.25)$$

Оскільки при великому числі груп розбиття K об'єм обчислювальної роботи дуже великий, то його приймають в межах 5-12. Зменшення K призводить до зростання похибки результатів розрахунків.

Визначають кількість хорд в кожній розмірній групі P_i . Надалі розраховують щільність числа хорд:

$$P_{Hi} = P_i / L, \quad (2.26)$$

де L – сумарна істинна довжина всіх січних.

Згідно формули, отриманої А.Г. Спектором, число зерен в одиниці об'єму N_{Vi} , які відносяться до i -тої розмірної групи, розраховується як:

$$N_{Vi} = \frac{4}{\pi H^2} \left(\frac{P_{H_i}}{2i-1} - \frac{P_{H_{i+1}}}{2i+1} \right) \quad (2.27)$$

Сума всіх N_{Vi} дає змогу отримати загальну кількість всіх зерен в одиниці об'єму:

$$N_V = \sum^K N_{Vi} \quad (2.28)$$

Всі результати вимірювань повинні бути підданими статистичному аналізу (дод. В) із врахуванням того, що в кількісній металографії розкид значень пов'язаний не лише з експериментальними похибками, але і з тим, що вимірювані величини сильно змінюються.

3.9 Автоматизація металографічних досліджень

Всі вищеописані методики металографічного аналізу на сьогодні вже є автоматизованими і їх виконання можливе як вручну, так і за допомогою спеціалізованого програмного забезпечення: JmicroVision, ImageJ, FIJI, Endrov, OpenCV, VXL, ImageTool, ImageExpert Pro та інші.

Наприклад, програмний комплекс ImageExpert Pro призначений для вирішення завдань кількісного аналізу зображень мікроструктур, зокрема при металографічному аналізі. Аналізатор дозволяє отримувати широкий спектр геометричних параметрів елементів структури, найбільш важливі з яких – відсоткові частки складових, площі, периметри, мінімальні, максимальні і середні діаметри, параметри форми і витягнутості об'єктів, характеристики їх розподілу (зокрема ареальні діаграми і діаграми вільних відстаней, гістограми міжцентрових відстаней і відстаней між об'єктами), характеристики анізотропії структур і т.д. Отримувані характеристики

доступні як для кожного об'єкта окремо, так і у вигляді їх статистичної вибірки.

Контрольні запитання до теми №2

1. Чим відрізняються зображення об'єкта, що спостерігається за допомогою мікроскопа і неозброєним оком?

2. Від чого залежить роздільна здатність світлової оптики? Як можна її збільшити?

3. Що таке числова апертура? Що вона визначає?

4. Що таке доцільне збільшення мікроскопа? Що зміниться при використанні збільшення, меншого за доцільне? А більшого?

5. Як потрібно обирати оптику для металографічного аналізу?

6. Для чого потрібна апертурна діафрагма?

7. Для чого потрібна польова діафрагма?

8. Для чого потрібен конденсор? Яка його будова?

9. Опишіть хід променів в оптичній системі мікроскопа за умови використання світлопольного і темнопольного зображення, поляризованого світла.

10. Як встановлюють та для чого використовують темнопольне освітлення?

11. В яких випадках використовують темнопольне та поляризоване освітлення?

12. Для чого застосовують світлофільтри?

13. Для чого потрібен окуляр-мікрометр? Як з ним працювати?

14. Який алгоритм дій при налаштуванні мікроскопа?

15. Яка послідовність дій при вимірюванні розмірів структурного елемента?

16. Якими характеристиками описується однофазна структура? Які переваги і недоліки кожної характеристики?

17. У чому полягає принцип візуального визначення розміру зерна?

18. Як взаємопов'язані номер зерна та його розмір?

19. Виведіть формулу для визначення величини зерна за методикою Джефріса.

20. Які обмеження діють при визначенні середнього діаметру зерна?

21. Які обмеження діють при визначенні кількості зерен в 1 мм³?

22. Які існують методики визначення вмісту другої фази? На чому вони засновані? Яка область їх застосування? У чому переваги і недоліки кожної методики?

23. Як оцінити помилку визначення кількості другої фази? Від чого вона залежить?

24. Які параметри характеризують розподіл зерен за розмірами? Як вони визначаються?

Практичні завдання до теми №2

1. Ознайомитись з конструкцією, оптичною схемою та принципом роботи металографічного мікроскопа.

2. Визначити роздільну здатність мікроскопа для наявних об'єктів та світлових фільтрів.

3. Визначити доцільне збільшення мікроскопа.

4. Визначити ціну поділки шкали окуляр-мікрометра.

5. Опанувати методику та виконати бальну оцінку розміру зерен.

6. Опанувати та виконати розрахунків за методиками Джефріса, чотирьох січних, трьох січних, Глаголева.

7. Побудувати розподіл зерен за розмірами.

8. Проаналізувати результати та сформулювати висновки.

Перелік літератури до теми №2

1. *Геллер Ю.А.* Материаловедение (методы анализа, лабораторные работы и задачи) / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1975. – 448 с.

-
2. *Салтыков С.А.* Стереометрическая металлография / С.А. Салтыков. – М.: Металлургия, 1976. – 274 с.
 3. *Богомолова Н.А.* Практическая металлография: Учебник для технических училищ / Н.А. Богомолова. – М.: Высш. Школа, 1978.
 4. *Васильев Д.М.* Физическая кристаллография: Учебное пособие для вузов / Д.М. Васильев. – М.: Металлургия, 1972. – 279 с.
 5. *Лившиц Б.Г.* Металлография / Б.Г. Лившиц. – М.: Металлургия, 1990. – 334 с.
 6. *Франценюк И.В.* Альбом микроструктур чугуна, стали, цветных металлов и их сплавов / И.В. Франценюк, Л.И. Франценюк. – М.: Академкнига. – 2004. – 192 с.
 7. *Белоцкий А.В.* Методические указания к лабораторным работам по курсу «Физические методы исследования металлов». Часть 1. / Сост. А.В. Белоцкий, А.Ф. Богданова, В.Г. Тиняев. - К.: КПИ, 1978. – 72 с. – С. 3- 16.

ТЕМА № 3

ДЮРОМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ МАТЕРІАЛІВ

1 Фізичні основи дюрометрії

Вимірювання твердості (дюрометрія) – один з найпростіших та найдоступніших методів визначення рівня механічних властивостей матеріалів. На сьогодні існує більше 30 різних методик вимірювання твердості, що базуються на різних принципах, тому в залежності від методики існують різні визначення поняття «твердість». Найбільш узагальнено:

Твердість – це властивість поверхневого шару матеріалу опиратися пружній та пластичній деформації при місцевих контактних впливах з боку іншого, більш твердого тіла певної форми та розміру, яке не отримує залишкової деформації.

Твердість, яку визначають за всіма методами є усередненою характеристикою опору матеріалу зануренню індентора (від англ. *indent* — вдавлювати), тому чим більше розмір відбитка індентора, тим нижчою є твердість. Індентор – елемент приладу для вимірювання твердості, який вдавлюють до досліджуваного матеріалу.

Методики вимірювання твердості можна класифікувати за різними принципами, основні з них наведено в таблиці 3.1. Проте, найчастіше використовують класифікації за часовим характером прикладання навантаження і вимірюванням опору вдавлюванню індентора.

За характером прикладання навантаження дюрометричні методики поділяють на *статичні*, *динамічні* та *кінетичні*. Найбільш поширеними є *статичні*, при яких індентор навантажується плавно і поступово, а тривалість витримки під навантаженням регламентується стандартами на відповідні методики вимірювання. При *динамічних* методиках визначення твердості індентор діє на зразок з певною кінетичною енергією, яка витрачається на пружну віддачу і/або формування відбитку. Динамічну

Таблиця 3.1 – Класифікація методик вимірювання твердості матеріалів

Вид класифікації	Ознака класифікації	Методики
Швидкість навантаження	- статична - динамічна	Більшість Шор, динамічне вдавлення
Спосіб навантаження	- вдавлення - дряпання - удар - дія середовища	Брінель, Роквелл, Віккерс, Мейєр, Маркович Давиденков, Шор Гаряча твердість (Бочвар)
Тривалість навантаження	- короткочасне - довготривале	Більшість Довготривала твердість
Величина навантаження	- твердість - мікротвердість - наноіндентування	
Форма індентора	- кулька - конус - піраміда	Брінель, Шор Роквелл, Давиденков Віккерс, Беркович, Кнуп

твердість часто називають також твердістю матеріалу при ударі. Твердість при ударі характеризує опір зануренню індентора не тільки поверхнею зразка, але і деяким його об'ємом.

Кінетичні методики визначення твердості ґрунтуються на безперервній реєстрації процесу вдавлення індентора із записом діаграми «навантаження на індентор – глибина занурення індентора». Особливість такого підходу полягає в реєстрації всієї кінетики процесу пружно-пластичної деформації матеріалу при вдавленні індентора, а не тільки кінцевого результату випробувань, як при інших методиках.

За принципом прикладання навантаження способи визначення твердості можна поділити на методики *вдавлення, відскоку, дряпання і різання*.

Методики з використанням вдавлення є найбільш поширеними. Твердість в цьому випадку визначається як опір, який чинить досліджуване тіло зануренню твердішого за нього індентора і характеризує переважно опір поверхневих шарів матеріалу пластичній деформації. Це був перший винайдений спосіб визначення твердості, який на початку XVIII століття

запропонував французький фізик Р.А. Реоміор. Він визначав твердість за глибиною відбитків при вдавлюванні трикутних призм, виготовлених з матеріалів, твердість яких можна порівнювати.

Способи відскоку засновані на вимірюванні твердості по висоті відскоку бойку, що падає на досліджувану поверхню. Твердість при цьому характеризує переважно опір пружній деформації. Вимірювання твердості способом відскоку широко застосовується для контролю якості прокатних валків, великих виробів і конструкцій.

Способами дряпання і різання твердість визначається відповідно як опір матеріалу дряпання або різанню. На початку XIX століття німецький мінералог К. Моос розробив порівняльну шкалу твердості матеріалів. За нею твердість оцінюється за здатністю одного мінералу наносити подряпини на поверхні іншого. Ця десятибальна шкала (від тальку № 1 до алмазу № 10) використовується не лише в мінералогії, а також для оцінки твердості технічної кераміки і монокристалів.

В даній темі розглядаються статичні методики вдавлювання. Навантаження зразка при цьому відбувається перпендикулярно до його поверхні. Форма зразка є вільною, але необхідна попередня підготовка робочої поверхні, щоб вона була плоскою (принаймні на мінімально допустимій площі для проведення вимірювань), без поверхневих дефектів (необхідне зняття окалин, вм'ятин, нерівностей, поверхневих забруднень тощо) і гладкою (необхідне шліфування, іноді – полірування). В додатку Г продемонстровано відмінність у значеннях твердості, отриманих за різними методиками: за Брінелем, Роквеллом та Віккерсом.

При вимірюванні твердості вдавлюванням в матеріалі під індентором виникає складний напружений стан, близький до об'ємного стиску, тому коефіцієнт м'якості цих методів найбільший – $\alpha > 2$. За результатами вимірювань твердості (H) та знаючи коефіцієнт Пуассона (μ) і модуль Юнга (E) досліджуваного матеріалу, можливий розрахунок середньої пружної деформації під індентором (ϵ) та частки пластичної деформації при індентуванні (δ) за формулами:

$$\varepsilon = -1,08[1 - \mu - 2\mu^2] \frac{H}{E} \quad (3.1)$$

$$\delta = 1 - 14,3[1 - \mu - 2\mu^2] \frac{H}{E} \quad (3.2)$$

Переваги методик визначення механічних характеристик матеріалів при вимірюванні твердості перед іншими методиками полягають у швидкості отримання результатів, простоті, можливості дослідження будь-яких матеріалів та їх окремих складових, легкому встановленні зв'язку між результатами даного та інших методів дослідження. Вимірювання твердості матеріалів є неруйнівним методом дослідження.

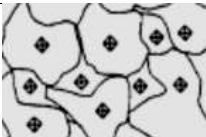
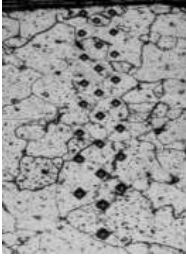

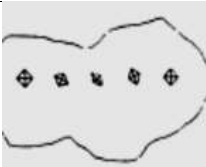
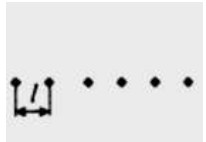
2 Фізичні основи вимірювання мікротвердості

Під мікротвердістю розуміють твердість матеріалу в мікроскопічних об'ємах. Вимірювання мікротвердості має на меті визначення твердості окремих зерен, фаз чи структурних складових сплаву (а не «усереднену твердість», як при вимірюванні макротвердості). В даному випадку об'єм, що деформується вдавлюванням, повинен бути меншим за об'єм (площу) досліджуваного зерна. Тому прикладене навантаження обирається невеликим. Крім того, мікротвердість вимірюють для характеристики властивостей дуже малих за розмірами деталей.

Деякі області застосування мікродюрOMETричного аналізу наведено в таблиці 3.2. Також за допомогою мікродюрOMETричних досліджень можна визначити різноманітні параметри пластичності матеріалу, у відповідності до формул (3.1) – (3.2).

Значний вплив на результати випробувань мікротвердості створює стан поверхні досліджуваного матеріалу. Якщо поверхня нерівна (криволінійна або з виступами), то окремі її ділянки різною мірою приймають участь в опорі вдавлюванню і деформації, що призводить до помилок у вимірюванні. Чим менше навантаження для вдавлювання, тим більш ретельно повинна бути підготовлена поверхня. Поверхня зразка для вимірювання мікротвердості має бути не лише шліфованою, а й

Таблиця 3.2 – Деякі області застосування результатів вимірювання мікротвердості матеріалів

№	Область застосування	Схема вимірювань	Опис методики індентування
1	Оцінка мікротвердості окремих структурних складових сплаву		Робоча поверхня протравлюється для виявлення мікроструктури. Відбитки індентора наносяться в окремі структурні складові (зерна)
2	Оцінка градієнту мікротвердості за товщиною шару (наприклад, після поверхневого зміцнення або хіміко-термічної обробки)		Використовують поперечний шліф. Відбитки наносять від краю шару вглиб через певний інтервал, за результатами будують криву зміни мікротвердості за товщиною шару
3	Оцінка відмінності мікротвердості матеріалу в площині (для якісної оцінки мікронеоднорідності міцності)		На шліфовану робочу поверхню наносяться в різних місцях не менш 20 відбитків індентора з наступною статистичною обробкою результатів
4	Оцінка анізотропії міцностних характеристик монокристалу		При нанесенні відбитка індентор повертається на певний кут. Анізотропія оцінюється за відношенням діагоналей отриманих відбитків
5	Оцінка мікронеоднорідності пластичної деформації в локальних об'єктах матеріалу		Вздовж напрямку розтягу наносять не менше 100 рівновіддалених відбитків з невеликим навантаженням. Після випробувань вимірюють відстань між окремими відбитками та статистично обробляють отримані дані

полірованою. В залежності від задач, які вирішуються за допомогою даного виду дюрOMETричних випробувань, іноді доцільним є протравлювання поверхні. Для запобігання спотворення приповерхневого шару внаслідок шліфування та полірування рекомендується

застосування хімічного чи електролітичного полірування. Поверхня, що досліджується, повинна бути встановлена горизонтально, тобто перпендикулярно дії індентора. Протилежна сторона зразка також повинна бути зачищеною і не мати окалини, оскільки остання при навантаженні зразка може спотворювати результати вимірювання.

3 Особливості проведення дюрOMETричного аналізу за різними методиками

3.1 Випробування за методикою Брінеля

Методика була запропонована шведським вченим Й.А. Брінелем у 1900 р. Випробування проводять на твердомірі типу ТШ-2 (рис. 3.1, *a*). Індентором є кулька з загартованої високовуглецевої сталі діаметром 1; 2,5; 5,0 або 10 мм з твердістю не менше 8500 МПа (рис. 3.1, *б*).



Рисунок 3.1 – Зовнішній вигляд твердоміра типу ТШ-2 (*a*) та форма інденторів (*б*)

Навантаження P і діаметр індентора D для визначення твердості підбирається таким чином, щоб виконувалося співвідношення $d = (0,25 \dots 0,5)D$, де d – діаметр відбитка. Тобто для різних матеріалів ці

параметри будуть відрізнятися. Зазвичай за стандартну величину приймають співвідношення P/D^2 . Деякі рекомендації стосовно вибору навантаження та діаметру індентора наведено в таблиці 3.3.

Таблиця 3.3 – Правила вибору індентора та навантаження при визначенні твердості за Брінелем

$P = kD^2$, Н	D, мм			Примітки
	10	5	2,5	
$30 D^2$	30 000	7 500	1 875	Матеріали з (130-450) НВ (сталі, чавуни, високоміцні сплави на основі Ti, Ni, Cu, Al)
$10 D^2$	10 000	2 500	625	Матеріали з 35-130 НВ (сплави Al, латуні, бронзи)
$5 D^2$	5 000	1 250	312,5	Al, Mg, Zn, латуні
$2,5 D^2$	2 500	625	156,25	Підчипникові сплави
$1,25 D^2$	1 250	312,5	78,125	Pb, Sn, припої
$0,5 D^2$	500	125	31,25	М'які метали в умовах підвищених температур

Вага тягарів, що використовуються при вимірюваннях може змінюватися від 187,5 кг до 3000 кг. За ISO 6506-1:2005 (ГОСТ 9012-59) регламентовані такі навантаження: 9.807 Н; 24.52 Н; 49.03 Н; 61.29 Н; 98.07 Н; 153.2 Н; 245.2 Н; 294.2 Н; 306.5 Н; 612.9 Н; 980.7 Н; 1226 Н; 2452 Н; 4903 Н; 7355 Н; 9807 Н; 14 710 Н; 29 420 Н.

Витримка під обраним номінальним навантаженням відбувається протягом:

- 10 с для сталей;
- 30 с для кольорових металів та сплавів за умови $P/D^2 = 10$ або $P/D^2 = 30$;
- 60 с для кольорових металів та сплавів за умови $P/D^2 = 2,5$.

Вимоги щодо процесу вимірювань:

- товщина зразків більш ніж в 10 разів має перевищувати глибину відбитка індентора;

- розміри плоскої поверхні для кожного вимірювання мають складати не менше двох діаметрів індентора;
- відстань від краю зразка має бути більше 2,5, а між відбитками – 4 діаметрів індентора;
- різниця між розмірами відбитка індентора в протилежних напрямках має не перевищувати 2%;
- зразки повинні мати твердість у межах 80 – 4500 МПа;
- необхідне проведення не менше 3 вимірювань;
- похибка методу $\pm 1\%$.

Переваги методики:

- простота;
- можливість вимірювання характеристик матеріалів з низькою твердістю (мідь, алюміній).

Недоліки методики:

- відсутність геометричної подібності відбитків (твердість за Брінелем залежить від навантаження, оскільки зміна глибини проникнення індентора не пропорційна зміні площі відбитку);
- вимірювання можна застосовувати тільки для порівняно м'яких матеріалів через кінцеве значення твердості самого індентора;
- при заглибленні індентора по краях відбитку через витискування матеріалу утворюється "підвищення", що ускладнює вимірювання розміру відбитку;
- через великий розмір індентора метод непридатний для тонких зразків матеріалу.

Будова і принцип дії твердоміра ТШ-2.

Твердомір (рис. 3.2) приводиться в дію від електродвигуна **20** потужністю 0,27 кВт і частотою обертання 1400 об/хв. Для зменшення передатного відношення (1:1600) вмонтовано двоступінчастий черв'ячний редуктор **19**.

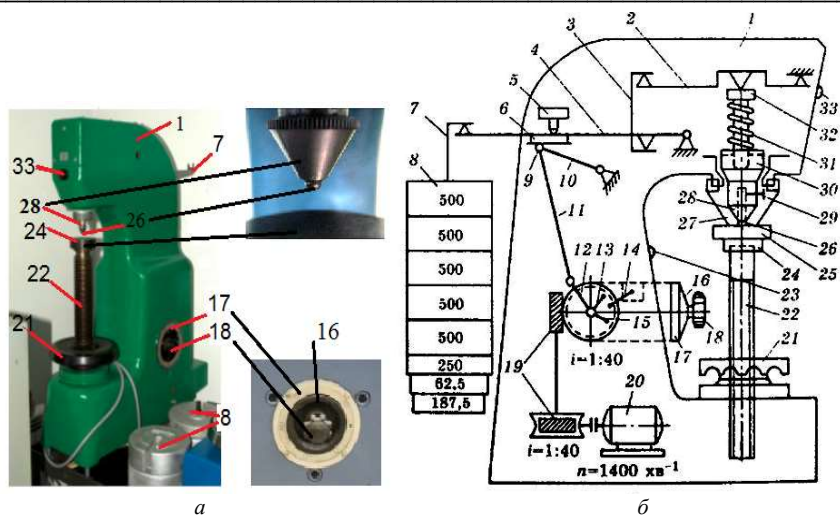


Рисунок 3.2 – Загальний вигляд (а) та принципова схема (б) твердоміру ТШ-2: 1 – станина; 2, 4 – важелі; 3 – серга; 5 – мікровимикач; 6 – планка; 7 – підвіска; 8 – тягарі; 9 – ролик; 10 – причіпний шатун; 11 – шатун; 12 – кривошип; 13, 15 – упори; 14 – рукоятка мікроперемикача; 16 – чашка механізму реверсування; 17 – шкала; 18 – ручка вибору тривалості випробування; 19 – черв'ячний редуктор; 20 – електродвигун; 21 – гайка-маховик; 22 – гвинт; 23 – вмикач живлення; 24 – предметний столик; 25 – зразок; 26 – індентор; 27 – обмежувач; 28 – кулькотримач; 29 – закріплюючий гвинт; 30 – втулка; 31 – пружина; 32 – шпindel; 33 – сигнальна лампа

Механізм навантаження має два важелі 2 і 4, сергу 3, комплект тягарів 8 на підвісці 7, планку 6, кривошип 12 з шатуном 11, причіпний шатун 10, закріплені у станині 1. Загальна вага тягарів становить 600 Н, а через систему важелів з передатним числом 1:50 сила збільшується в 50 разів. Зміною набору тягарів можна забезпечити всі регламентовані навантаження. Тягар вагою 625 Н, що є в комплекті, застосовують як компенсувальний: $625 + 1875 = 2500$ Н. Отже, для вдавлювання кульки вагою менше ніж 1875 Н твердомір ТШ-2 непридатний.

При повільному обертанні кривошипа 12 ролик 9 верхньої головки шатуна 11, шарнірно з'єднаного з причіпним шатуном 10, повільно піднімається вгору і опускається вниз. Під час опускання ролика 9 важіль 4 також опускається і кулька 26 вдавлюється в зразок 25. Під час піднімання шатуна 11 з роликом 9 відбувається розвантаження.

Механізм зміни напрямку обертання двигуна (реверсування) працює за принципом зміни фаз (при зміні фаз у трифазному двигуні – напрямок обертання ротора змінюється на протилежний). Фази змінюються автоматично упорами **13** і **15**, які по чергово повертають рукоятку **14** мікроперемикача.

Тривалість витримки (10, 30 або 60 с) встановлюють на шкалі **17** механізму реверсування, повертаючи рухому чашку **16** гвинтом з ручкою **18** (разом з упором **15**) відносно нерухомої шкали **17**.

Електродвигун вмикають кнопкою **23**, а зупиняється він автоматично (після дотикання важеля **4** до мікровимикача **5**).

Протягом усього періоду навантаження або витримки кульки під навантаженням горить контрольна лампочка **33**.

Механізм піднімання предметного столика **24** складається з гвинта **22** і гайки-маховика **21**. Кулька **26** вставлена у кулькотримач **28**, закріплений гвинтом **29**, і затиснена обмежником **27**. На шпинделі **32** з втулкою **30** розміщена пружина **31**.

Для надійної фіксації зразків можливе використання предметних столиків різної форми (рис. 3.3).



Рисунок 3.3 – Форми предметних столиків

Перед випробуваннями необхідно підготувати робочу поверхню зразка, забезпечивши її рівність, чистоту та гладкість.

Твердість за Брінелем визначають або за спеціальними таблицями, що є у паспорті приладу, або за формулою:

$$HB = \frac{P}{D^2} \left(\frac{2/\pi}{1 - \sqrt{1 - (d/D)^2}} \right), \quad (3.3)$$

де P – навантаження, d – діаметр відбитка, D – діаметр індентора.

Результати записують наступним чином:

- HB = 4000 МПа – застосовувалися стандартні умови – кулька з діаметром 10 мм, навантаження 30 кН, час витримки 10 с;

- HB_{5/7,5/30} = 3500 МПа – діаметр кульки 5 мм, навантаження 7,5 кН, тривалість витримки 30 с;

- HB_{5/750/30} = 350 – діаметр кульки 5 мм, навантаження 750 кгс, тривалість витримки 30 с, твердість виміряна в кгс/мм².

Знаючи твердість матеріалу за Брінелем, можливо розрахувати його границю міцності і текучості, що важливо для прикладних інженерних задач. Для багатьох металів та сплавів спостерігається задовільна кореляція між твердістю за Брінелем (HB) та границею міцності σ_B :

$$\sigma_B = \alpha \times HB, \quad (3.4)$$

де α – безрозмірна константа, величина якої для різних матеріалів визначається в залежності від співвідношення між діаметром відбитку та діаметром індентора (d/D) (табл. 3.4).

Таблиця 3.4 – Значення коефіцієнта α для визначення границі міцності матеріалів

Група сплавів	d/D	α
Чавуни	0,4	0,15
Литі алюмінієві сплави	0,45	0,25
Алюмінієві сплави, що деформуються	0,4	0,38
Титанові сплави	0,4	0,3
Високоміцні сталі	0,33	0,33
Низьковуглецеві сталі	0,45	0,33
Аустенітні сталі	0,4	0,45
Латуні	0,4	0,45

3.2 Випробування за методикою Роквелла

Вимірювання твердості за відносною глибиною проникнення індентора запропоноване в 1908 р. австрійським професором П. Людвігом. Машина для визначення відносної глибини проникнення (твердомір) була винайдена у 1922 р. Х.М. Роквеллом і С.П. Роквеллом.

Твердість за Роквеллом вимірюють в умовних одиницях, які характеризують зміну заглиблення індентора в умовах збільшення навантаження від P_0 до P (рис. 3.4). Твердість визначають за осьовим переміщенням індентора, яке реєструють за шкалою індикатора.

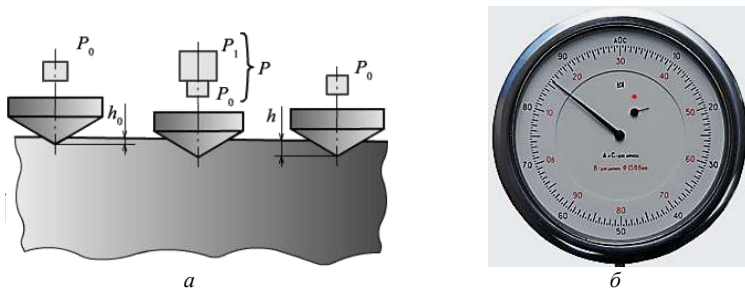


Рисунок 3.4 – Вимірювання твердості матеріалів за методикою Роквелла: *а* – схема навантаження зразка; *б* – індикаторний пристрій твердоміру Роквелла

Існує декілька альтернативних шкал, з яких найчастіше використовуються шкали В і С. Для позначення твердості, визначеної за методикою Роквелла, використовується символ HR, до якого додається буква, що вказує на шкалу за якою проводилося випробування (HRA, HRB і т.д.). Назви шкал, типи інденторів та матеріалів, для дослідження яких вони використовуються наведено в таблиці 3.5.

У вітчизняній лабораторній практиці широко застосовуються прилади для вимірювання твердості за Роквеллом типу:

- ТК з попереднім навантаженням 100 Н та загальним навантаженням 600 Н (А), 1000 Н (В), 1500 Н (С);
- Супер-Роквелл з попереднім навантаженням 30 Н та загальним навантаженням 150 Н (А), 300 Н (В), 450 Н (С).

Таблиця 3.5 – Шкали за методикою Роквелла

Назва шкали	Позначення твердості	Навантаження, кг	Тип індентора	Досліджуваний матеріал
A	HRA	60	120° алмазний конус	Інструментальні сталі
B	HRB	100	1,58 мм сталева кулька	Алюмінієві сплави, бронза, м'які сталі
C	HRC	150	120° алмазний конус	Загартовані сталі
D	HRD	100	120° алмазний конус	Загартовані сталі
E	HRE	100	3,16 мм сталева кулька	Антифрикційні металеві сплави
F	HRF	60	1,58 мм сталева кулька	Сплави кольорових металів
G	HRG	150	1,58 мм сталева кулька	Фосфористі бронзи
H	HRN	60	1,58 мм сталева кулька	М'які метали низької
K	HRT	150	1,58 мм сталева кулька	однорідності, ливарні сплави

Вимоги щодо процесу вимірювань:

- товщина зразків більш ніж в 8 разів має перевищувати глибину відбитка індентора;
- розміри підготовленої для вимірювання плоскої поверхні мають перевищувати 10 мм;
- відстань від краю зразка та між відбитками індентора має перевищувати 4 мм під час випробувань за шкалою В та 3 мм під час випробувань за шкалами С, А;
- необхідне проведення не менше 3 вимірювань;
- похибка методики складає $\pm 1\%$.

Таким чином, на відміну від методики Брінеля, в методиці Роквелла визначають не діаметр відбитка, а глибину його вдавлювання в матеріал.

Переваги методики:

- простота;
- висока продуктивність та можливість повної автоматизації процесу;
- виключення впливу вібрацій та стану приповерхневого шару на результати;

- універсальність, оскільки за даною методикою можливе дослідження будь-яких матеріалів, включаючи надтверді сплави;
- визначення твердості одразу за шкалою приладу;
- висока точність;
- можливість вимірювання твердості тонких шарів за допомогою шкали В або Супер-Роквелла.

Недоліки методики:

- дуже умовна характеристика;
- різні шкали для вимірювання;
- безрозмірний результат (без подібності відбитків).

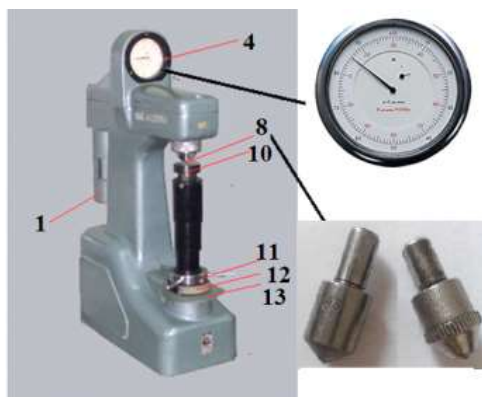
Будова і принцип дії твердоміра ТК-2.

Зовнішній вигляд твердоміра та принципова схема його конструкції зображені на рисунку 3.5. Навантаження на індентор **8** створюється за допомогою тягарів **1**, підвішених на підвісці **2** до важеля **3**. Механізм приводу складається з електродвигуна **16**, редуктора **17**, кулачків **19** та **20** і штока **21**. Механізм приводу розміщений усередині станини **14**.

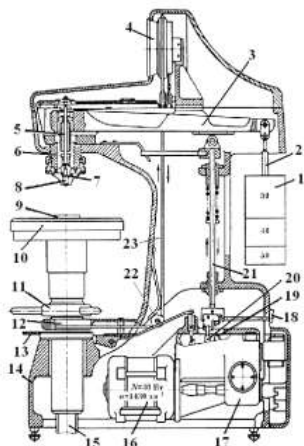
Поворотом рукоятки **18** можна встановити ролик штока проти кулачка **19** або **20**. Якщо рукоятку **18** встановити проти позначки «Н», швидкість вдавлювання буде нормальною – протягом 4 с, а якщо проти позначки «У», то вдавлювання здійснюватиметься прискорено – протягом 2 с. Кулачки **19** та **20** включаються в дію натисненням на клавішу **13** перед кожним вдавлюванням.

Електродвигун **16** працює безперервно, а кулачки – періодично. Під час обертання кулачка **20** він через ролик піднімає вгору шток **21** і важіль **3**, який з іншого боку з'єднаний з тягарями **1** підвіскою **2**. Далі під час обертання кулачка шток разом із важелем **3** опускається, а індентор **8** вдавлюється в зразок.

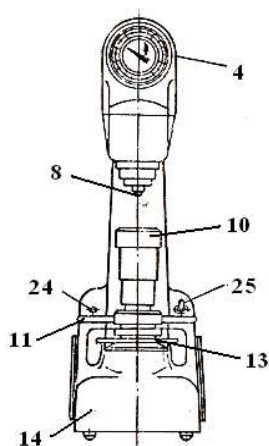
Механізм піднімання предметного столика **10** складається з гвинта **15** і гайки-маховика **11**, поворотом якої можна піднімати зразок **9** до контакту з індентором **8**.



а



б



в

Рисунок 3.5 – Зовнішній вигляд (а) та принципова схема твердоміра ТК-2 (б – вид збоку, в – фронтальний вид): 1 – тягарі; 2 – підвіска; 3 – важіль; 4 – індикаторний пристрій; 5 – шпindel; 6 – пружина; 7 – тримач індентора; 8 – індентор; 9 – зразок; 10 – предметний столик; 11 – гайка-маховик для піднімання столика; 12 – барабан для повороту шкали; 13 – стартова клавіша; 14 – станина; 15 – гвинт столика; 16 – електродвигун; 17 – редуктор; 18 – регулятор швидкості вдавлювання; 19 та 20 – кулачки; 21 – шток; 22 – ролик натягування шнура; 23 – шнур для повороту шкали; 24 – сигнальна лампа; 25 – тумблер вмикання живлення

Значення твердості матеріалу можна побачити на індикаторному пристрої 4. На його циферблаті нанесено дві шкали: червона В і чорна С, що мають по 100 поділок кожна. Шкала В зміщена відносно шкали С на 30

поділок в напрямку, протилежному руху стрілки індикатора при вдавлюванні індентора. При обертанні барабана **12** за рахунок шнура **23** можна виставити на «0» шкалу приладу (навпроти великої стрілки). Шнур натягують за допомогою ролика **22**.

Оправа з індикатором **8** кріпиться гвинтом **7**. Зусилля на індентор передається шпинделем **5**, на якому є пружина **6**.

В мережу живлення твердомір вмикається тумблером **25**, при цьому загоряється сигнальна лампочка **24**.

Показання шкали приладу характеризує величину твердості, яку також можна розрахувати за формулами:

$$\text{HRA, HRC} = 100 - \frac{h - h_0}{k}, \quad (3.5)$$

$$\text{або HRB} = 130 - \frac{h - h_0}{k}, \quad (3.6)$$

де h – загальне заглиблення індентора; h_0 – попереднє заглиблення індентора; k – ціна поділки шкали індикатора (0,002 мм на твердомірах типу Роквелл та 0,001 мм на твердомірах типу Супер-Роквелл).

Твердість за Роквеллом позначають HR та обов'язково вказують шкалу (наприклад, HRB, HRC, HRA). Вказані значення твердості одиниць вимірювання не мають.

3.3 Випробування за методикою Віккерса

Це друга за розповсюдженістю методика вимірювання твердості матеріалів після Роквелла, запропонована у 1925 р. британськими інженерами Смітом та Сандлендом. Назва методики «Віккерс» – походить від назви інженерно-промислового концерну Vickers Limited, який виготовив перший прилад.

Згідно методики Віккерса твердість визначається за величиною відбитка, залишеного алмазним індентором, який вдавлюється у поверхню

під дією навантаження, прикладеного протягом певного часу. Твердість обчислюється як відношення зусилля, прикладеного до індентора, до площі відбитка (причому за площу відбитка приймається площа частини поверхні піраміди, а не площа квадрата основи індентора).

Індентором є чотиригранна алмазна піраміда з квадратною основою та кутом при вершині $136^{\circ} \pm 30'$ (рис. 3.6).



Рисунок 3.6 – Індентор Віккерса

Навантажування здійснюється протягом 10-15 с для чорних металів та 30 с для кольорових. Для вибору оптимального значення навантаження будують криву в координатах «навантаження-твердість» і використовують навантаження початку горизонтальної частини кривої. Діапазон зміни навантажень складає від 10 Н до 1200 Н.

ДюрOMETричні методики за Брінелем та Віккерсом мають однаковий фізичний зміст, тому твердість матеріалу, визначена за обома методиками, в інтервалі до 3500 МПа майже співпадає. При більшій твердості матеріалу внаслідок пружної деформації індентора Брінеля з'являється відмінність у розрахованих значеннях, причому твердість за Віккерсом зростає швидше, ніж за Брінелем.

Вимоги щодо процесу вимірювань:

- товщина зразків більш ніж в 1,5 рази має перевищувати глибину відбитка індентора;
- розміри підготовленої для вимірювання плоскої поверхні мають перевищувати 5 мм;
- поверхня має бути дуже чистою та відполірованою;

- максимальна твердість матеріалу не повинна перевищувати 10000 МПа;
- необхідне застосування оптимального навантаження;
- відстань від краю зразка та між відбитками індентора має перевищувати 2,5 діаметра відбитка;
- різниця між розмірами діагоналей відбитка індентора не має перевищувати $2 \div 5\%$;
- вимірювання діагоналей довжиною до 0,2 мм повинно проводитись з похибкою не більшою за $\pm 0,001$ мм і для діагоналей довших за 0,2 мм – з похибкою не більшою за $\pm 0,5\%$;
- необхідне проведення не менше 5-10 вимірювань;
- похибка методу складає $\pm 1\%$.

Переваги методики:

- можливість визначення твердості майже будь-якого матеріалу;
- геометрична подібність відбитків індентора при будь-яких навантаженнях;
- можливість співставлення результатів з отриманими за іншими методиками.

Недоліки методики:

- високі вимоги до стану поверхні;
- необхідність проведення великої кількості вимірів для усереднення результатів;
- тривалий загальний час проведення досліджень;
- залежність вимірюваної твердості від прикладеного навантаження або глибини вдавлювання індентора (явище розмірного ефекту). Особливо сильно ця залежність виявляється при малих навантаженнях.

Будова і принцип дії твердоміра ТП.

Для визначення твердості за Віккерсом використовують прилади типу ТП (рис. 3.7, а) або їх сучасну версію – твердоміри серії НV (рис. 3.7, б).

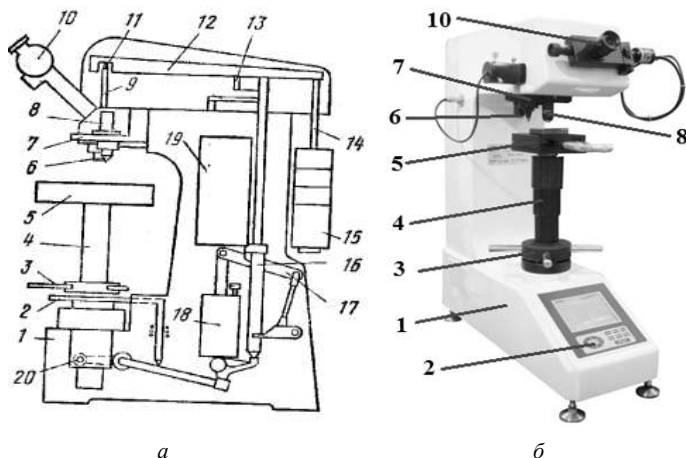


Рисунок 3.7 – Зовнішній вигляд твердоміру ТП-2 (а) та принципова схема твердоміру HV-10 (б): 1 – станина; 2 – стартова клавіша; 3 – гайка-маховик; 4 – гвинт; 5 – предметний столик; 6 – індентор; 7 – поворотна головка; 8 – об’єктив; 9 – робочий шпindel; 10 – мікроскоп (гвинтовий окуляр-мікрометр); 11, 13 – опори важеля; 12 – важіль; 14 – підвіска для тягарів; 15 – тягарі; 16 – підйомний шток; 17 – ручка взводу приводу тягарів; 18 – привід тягарів з масляним амортизатором; 19 – тягар для противаги; 20 – електродвигун

Прилад ТП являє собою сукупність навантажуючого приладу та мікроскопа. В поворотній головці 7 змонтована оправа з індентором 6 та об’єктив мікроскопа 8. Столик 5 при повороті за годинниковою стрілкою маховика 3 за допомогою гвинта 4 піднімається до контакту з індентором.

Навантаження на індентор 6 створюється за допомогою тягарів 15, підвішених на підвісці 14 та приєднаних до системи важелів. Весь процес випробування здійснюється приводом, що працює від електродвигуна 20, який знаходиться в нижній частині станини 1.

При повороті головки в крайнє ліве положення прилад переводять в робочий стан. Вісь робочого шпindelю 9 приводить у рух важіль 12, з’єднаний з підвіскою для тягарів 14.

Позаду станини знаходиться вантажний привід з масляним амортизатором 18, за допомогою якого прикладання навантаження, витримка під ним та розвантаження виконується автоматично за рахунок енергії тягаря 19, що опускається.

Перед початком піднімання столика зі зразком необхідно взвести вантажний привід ручкою **17**. При цьому підйомний шток **16** утримується в піднятому стані. Для навантаження натискають клавішу **2**.

Тривалість витримки зразка під дією навантаження реєструється сигнальною лампою, що вмикається при навантаженні та гасне після його зняття.

При повороті головки **7** в крайнє праве положення оптична вісь мікроскопа суміщається з центром відбитка індентора. В фокальній площині окуляра **10** знаходяться три шкали: одна – з поділками, друга – з безперервною вертикальною лінією, третя – з пунктирною вертикальною лінією. Зовнішній вигляд гвинтового окуляр-мікрометра наведено на рисунку 3.8.

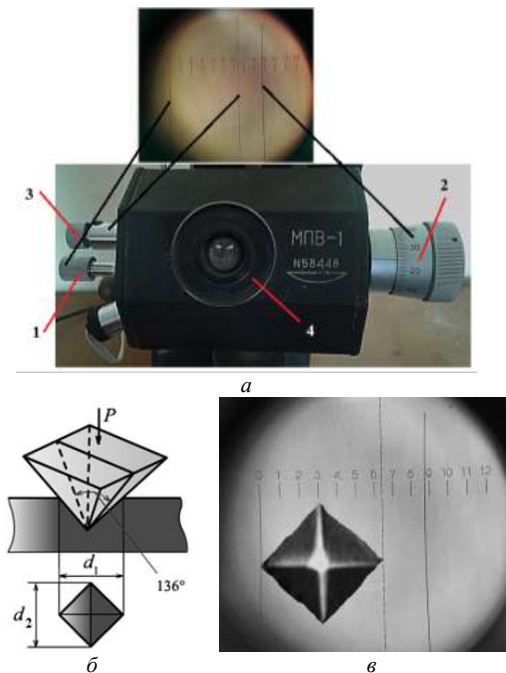


Рисунок 3.8 – Визначення твердості за методикою Віккерса: *a* – гвинтовий окуляр-мікрометр (**1** – гвинт руху початку шкали – суцільна лінія; **2** – мікрометричний барабанчик з ціною поділки 0,01 мм – інша суцільна лінія; **3** – гвинт руху штрихової лінії; **4** – окуляр); *б* – схема індентування; *в* – вимірювання відбитку індентора

3.4 Вимірювання мікротвердості металів та сплавів

Перший мікротвердомір виготовили радянські вчені М.М. Хрущев, Є.С. Беркович. Метод визначення мікротвердості є стандартизованим (ГОСТ 9450-76). Індентор – алмазна пірамідка. Найчастіше використовують пірамідку Віккерса (чотирихгранна алмазна піраміда з квадратною основою та кутом при вершині $136^{\circ}\pm 30'$, рис. 3.9, *а*), але також застосовують індентор Кнупа (піраміда з ромбічною основою зі співвідношенням діагоналей 7:1 та кутами $172,5^{\circ}$ і 130° , рис. 3.9, *б*), Берковича (піраміда з трикутною основою та різними кутами, рис. 3.9, *в*).

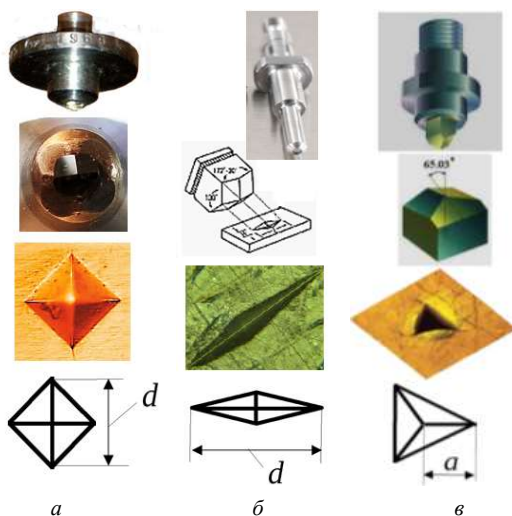


Рисунок 3.9 – Індентори для вимірювання мікротвердості та їх відбитки: *а* – Віккерса, *б* – Кнупа, *в* – Берковича

Мікротвердість матеріалів може визначатися за методикою відновленого (статична методика) або невідновленого (кінетична методика) відбитка. Методика проведення випробувань за відновленим відбитком аналогічна вимірюванням твердості за Віккерсом, але використовують менше навантаження. За рахунок цього площа відбитку також буде меншою, що дозволяє оцінити твердість окремих структурних

складових, покриттів, плівок, дрібних деталей тощо. Вимірювання мікротвердості проводять на твердомірах типу ПМТ–3.

Мікротвердість за цією методикою визначається як співвідношення навантаження до площі поверхні відбитка індентора і в разі використання індентора Віккерса розраховується за формулою:

$$HV = \frac{F}{S} = \frac{0,102 \cdot 2F \cdot \sin \alpha / 2}{d^2} = 0,189 \frac{F}{d^2} \quad (3.7)$$

де F – нормальне навантаження, прикладене до індентора, Н; S – умовна площа бокової поверхні відбитка індентора; d – довжина діагоналі відбитка індентора, мм; α – кут при вершині індентора (136°).

Мікротвердість, визначена за методикою невідновленого відбитку розраховується не за довжиною діагоналей відбитка індентора, а за глибиною його занурення в матеріал, яка вимірюється в процесі експерименту. Для індентора Віккерса формула має вигляд:

$$HV_h = \frac{F}{S} = 0,00386 \frac{F}{h^2} \quad (3.8)$$

де F – нормальне навантаження, прикладене до індентора, Н; h – довжина глибина відбитка індентора, мм.

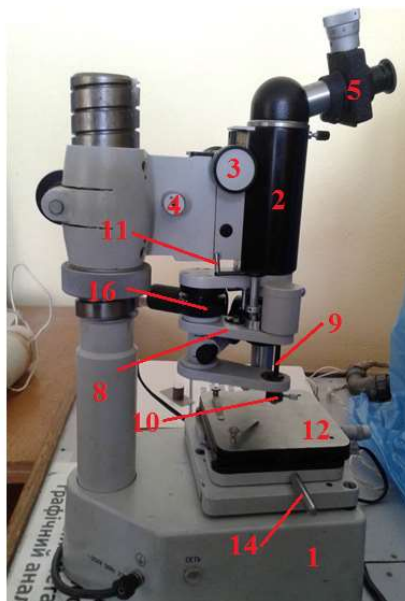
Вимірювання проводяться з використанням стандартних навантажувачів: 0,049 Н (5 гс), 0,098 Н (10 гс), 0,196 Н (20 гс), 0,49 Н (50 гс), 0,98 Н (100 гс), 1,96 Н (200 гс). Визначення мікротвердості виконують після встановлення величини оптимального навантаження.

Будова і принцип дії мікротвердоміра ПМТ-3.

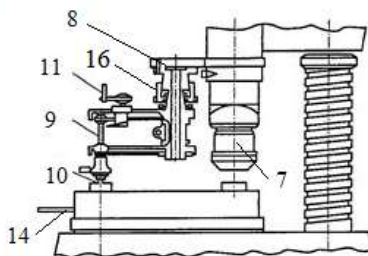
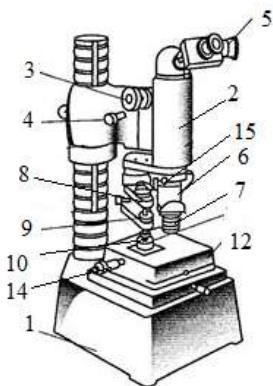
Зовнішній вигляд та принципову схему мікротвердоміру ПМТ-3 наведено на рисунку 3.10. Прилад складається з основи зі штативом **1**, на якій закріплений мікроскоп з тубусом **2**, що переміщується вгору і вниз за допомогою макрометричного гвинта **3** і мікрометричного гвинта **4**. Ціна



а



б



в

Рисунок 3.10 – Зовнішній вигляд (*а* – вид справа, *б* – вид зліва) та схема (*в*) приладу ПМТ-3 для вимірювання мікротвердості: 1 – основа зі штативом; 2 – тубус; 3 – макрометричний гвинт; 4 – мікрометричний гвинт; 5 – окулярний мікрометр; 6 – освітлювач; 7 – об'єктив; 8 – навантажувальний блок; 9 – стрижень для навантажувачів; 10 – індентор; 11 – ручка навантаження; 12 – предметний столик; 13 – регулювальні гвинти; 14 – ручка повороту предметного столика; 15 – центрувальні гвинти; 16 – тарувальний пристрій

поділки барабанчика мікрогвинта дорівнює 0,002 мм. На верхній кінець тубуса надітий окулярний мікрометр **5**. Окуляр МОВ–1-15 створює збільшення 15×.

В нижній частині тубуса монтується вся оптична система мікроскопа з освітлювачем **6** та об'єктивом **7**. Освітлювачем є лампочка що живиться від мережі в 6 В, що живиться від електромережі через трансформатор.

Прилад забезпечений двома об'єктивами для дослідження мікрошліфа при збільшеннях в 478 і 135 разів.

З тубусом мікроскопа з'єднаний навантажувальний блок **8** (рис. 3.11, *a*). В ньому є стрижень для розміщення тягарців **9**, внизу якого закріплений тримач з індентором **10**. Робоче навантаження створюється тягарцями (рис. 3.11, *б*), які по одному, або одразу декілька можна одягати на стрижень **9**. Піднімання та опускання навантаженого індентора виконується за допомогою ручки **11**. Навантажування здійснюється протягом 15-30 с, а потім плавно знімається.

*a**б**в*

Рисунок 3.11 – Навантажуючий пристрій (*a*), комплект навантажувачів (*б*) та пресик (*в*)

Досліджуваний зразок розміщують на предметному столику **12**. За допомогою двох гвинтів **13** столик зі зразком переміщується в двох взаємно перпендикулярних напрямках, що дозволяє пересувати мікросліф і обирати на ньому ділянку, на якій необхідно виміряти мікротвердість. Цю ділянку потрібно розмістити в середині поля зору мікроскопа – точно у вершині кута нерухомої сітки окуляра.

За допомогою ручки **14** столик зі зразком можна повертати таким чином, щоб зразок потрапив під індентор чи окуляр мікроскопа. Перед поворотом столика, потрібно обов'язково пересвідчитися, що індентор піднятий.

В процесі юстування мікротвердоміру необхідно правильно розташувати мікроскоп по відношенню до навантажуючого пристрою, що виконується за допомогою центрувальних гвинтів **15**.

Вимоги щодо процесу вимірювань мікротвердості:

- товщина зразків більш ніж в 10 разів має перевищувати глибину відбитка індентора;
- розміри робочої поверхні мають перевищувати 5 мм;
- поверхня має бути дуже чистою та відполірованою (за необхідності протравленою). Для всіх зразків, властивості яких будуть порівнюватися, необхідне дотримання єдиної методики пробопідготовки;
- необхідне застосування оптимального навантаження;
- відстань від краю зразка та між відбитками індентора має перевищувати 2 діагоналі відбитка;
- різниця між діагоналями відбитка індентора не повинна перевищувати 2%. Вимірювання діагоналей довжиною до 0,2 мм повинно проводитись з похибкою не більшою за $\pm 0,001$ мм, а для діагоналей довших за 0,2 мм з похибкою не більшою за $\pm 0,5\%$;
- для отримання результатів, що можуть порівнюватися, необхідне чітке та стає фокусування зображення відбитка та незмінність освітлення при вимірюванні розмірів обох діагоналей;
- необхідне проведення не менше 10 вимірювань;

- випробування проводяться при температурі 20°C;
- похибка методу складає $\pm 1\%$.

Переваги методики:

- можливе визначення твердості окремих структурних складових матеріалу або тонких прошарків;
- геометрична подібність відбитків індентора при будь-яких навантаженнях;
- можливість співставлення результатів з отриманими за іншими методиками;
- висока точність.

Недоліки методики:

- високі вимоги до стану поверхні;
- необхідність проведення великої кількості вимірів для усереднення результатів;
- тривалий загальний час проведення досліджень;
- вплив зовнішніх вібрацій;
- можлива зміна будови приповерхневого шару при підготовці до вимірювань.

Для отримання достовірних результатів при мікродюрOMETричному аналізі необхідно виконання наступного алгоритму:

1. Пробопідготовка.

Поверхню зразка готують до вимірювань шліфуванням та електролітичним або хімічним поліруванням. Якщо необхідно визначити мікротвердість окремих фаз і макроаналіз виявив, що їх добре видно – пробопідготовка вважається закінченою. Якщо необхідно визначити мікротвердість всередині окремих зерен – необхідне проведення протравлювання, оскільки твердість матеріалу в середині зерна є меншою, ніж на границях внаслідок меншого спотворення ґратки й меншого рівня внутрішніх напружень.

Перед проведенням випробувань необхідне виконання юстування приладу, яке включає дві операції: центрування і тарування.

2. Центрування мікроскопа.

Мета центрування – точне суміщення оптичної осі з віссю навантаження при повороті столика зі зразком. В процесі центрування необхідно добитися, щоб відбиток наносився в тому самому місці, яке було обрано під мікроскопом. Центрування проводиться за допомогою окулярного мікрометра МОВ–1-15 (рис. 3.10, поз. 5) та центрувальних гвинтів (рис. 3.10, поз. 15).

Окулярний мікрометр має нерухому сітку, мікрометричний барабанчик і каретку з рухомою сіткою. На нерухомій сітці завдовжки 5 мм нанесені штрихи з цифрами від 0 до 8 з ціною поділки 1 мм. На рухомій сітці нанесений косинець з прямим кутом і дві риски (бі-штрих). Перехрестя необхідне для знаходження точки, в якій буде вимірюватися мікротвердість, а бі-штрих – для розрахунків за шкалою. Центрувальні гвинти дозволяють перемішувати об'єктив мікротвердоміра в горизонтальній площині.

3. Тарування індентора.

При виконанні випробувань дослідник має бути впевненим, що індентор створює визначене навантаження. Для цього спочатку необхідно впевнитися в правильній установці індентора відносно осі навантажуючого механізму. При правильній установці червона цятка на боковій поверхні оправи пірамідки має співпадати з рисою на патроні, в якому гвинтом закріплюється індентор (рис. 3.12).

Тарування навантажуючого пристрою забезпечує правильне взаємне положення індентора та мікроскопа. При правильному положенні в ненавантаженому стані верхівка алмазної пірамідки має бути в площині фокусування об'єктиву. Якщо це не так, то будуть отримуватися занижені чи завищені значення мікротвердості.

Тарування виконується за допомогою еталонних шліфів (рис. 3.13), виготовлених з м'яких матеріалів (алюмінію, міді, олова).

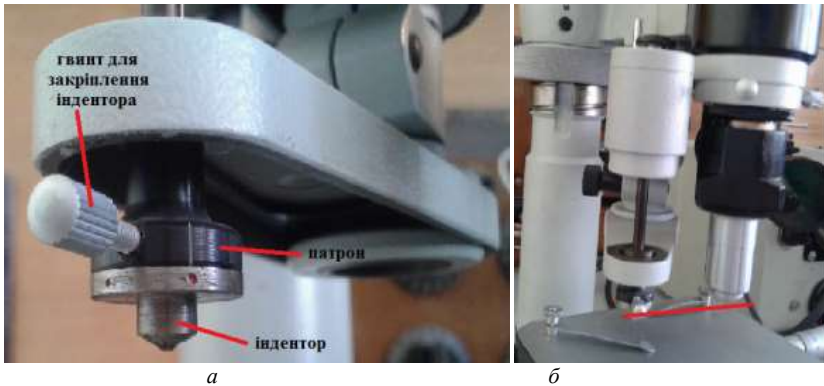


Рисунок 3.12 – Тарування мікротвердоміра: *a* – правильне розташування індентора в тримачі, *б* – взаємне положення індентора та мікроскопа (лінія – між вершиною індентора та площиною фокусування об'єктива)



Рисунок 3.13 – Еталонні шліфи для тарування мікротвердомірів

Отримані при випробуванні значення мікротвердості мають співпадати з зазначеними на еталоні. Якщо ці значення більші – індентор необхідно підняти, якщо менші – опустити.

Також можна для тарування використовувати зразки з повареної солі, товщиною більше 1 мм. Без навантаження на поверхні має бути лише маленький слід, а при навантаженнях 0,049 – 0,49 Н (5-50 гс) мікротвердість повинна складати 186-206 МПа.

4. Визначення ціни поділки шкали барабанчика окулярного мікрометра.

Для визначення ціни поділки шкали барабанчика необхідно знати збільшення об'єктиву. Його можна знайти, користуючись об'єкт-мікрометром. Методика детально викладена при описі металографічного мікроскопу.

5. Визначення оптимального навантаження.

Вимірювання мікротвердості необхідно виконувати при оптимальному навантаженні. Для цього проводять серію випробувань при різних навантаженнях та будують графік в координатах «навантаження – мікротвердість». Крива має наступну форму: зі збільшенням навантаження твердість спочатку зменшується, а потім залишається постійною. Оптимальним вважається навантаження, починаючи з якого твердість не змінюється. Після виконання всіх описаних процедур мікротвердомір готовий до роботи.

6. Розрахунок мікротвердості.

Мікротвердість визначається за формулою (3.7).

Контрольні питання до теми №3

1. Що таке твердість?
2. Чи мають значення твердості, визначені за методиками Брінеля, Роквелла та Віккерса, фізичний зміст. Чому?
3. Які індентори застосовують при визначенні твердості матеріалів?
4. Чи руйнуються зразки при даному виді механічних випробувань?
5. Які принципові відмінності методики визначення твердості за Роквеллом від методики Брінеля?
6. Які принципові відмінності визначення твердості за Віккерсом від методики Брінеля?
7. Які принципові відмінності методики визначення твердості за Роквеллом від методики Віккерса?

8. Назвіть порядок визначення твердості за всіма описаними методиками.

9. Яким чином можна оцінити рівень механічних властивостей матеріалу за результатами дюрOMETричних випробувань?

10. Чим відрізняється твердість від мікротвердості матеріалу?

11. Чим відрізняється випробування на мікротвердість від вимірювання твердості за Віккерсом?

12. Який індентор використовують при вимірюванні мікротвердості? Чому?

13. Поясніть в яких випадках використовують методику визначення мікротвердості.

14. Яким чином зразок готують до вимірювань мікротвердості?

15. Поясніть послідовність дій при вимірюванні мікротвердості.

16. Поясніть причини викривлення відбитків індентора.

17. Поясніть причини обмежень для вимірювання мікротвердості за методикою Віккерса.

Практичні завдання до теми №3

1. Ознайомитись з принципом роботи твердомірів та методикою виконання вимірювань.

2. Провести вимірювання твердості наданих матеріалів за трьома методиками.

3. Ознайомитись з принципом роботи мікротвердоміру ПМТ-3 та методикою виконання вимірювань.

4. Провести вимірювання мікротвердості наданих матеріалів.

5. Проаналізувати результати та сформулювати висновки.

Перелік літератури до теми №3

1. *Milman Yu.V.* Plasticity characteristic obtained through hardness measurement / Yu.V. Milman, B.A. Galanov, S.I. Chugunova // Acta Metallurgica et Materialia. – 1993. – Vol. 43. – P. 2523-2532.

2. *Геллер Ю.А.* Материаловедение (методы анализа, лабораторные работы и задачи) / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1975. – 448 с. – С. 167-184.

3. *Золоторевский В.С.* Механические свойства металлов / В.С. Золоторевский – М.: Металлургия, 1983. – 352 с. С.223-239.

4. *Бернштейн М.Л.* Механические свойства металлов / М.Л. Бернштейн, В.А. Займовский. – М.: Металлургия, 1979. – 426 с.

5. *Дяченко С.С.* Фізичні основи міцності та пластичності металів: Навч. Посібник / С.С. Дяченко – Харків: Видавництво ХНАДУ, 2003. – 226 с.

6. *Фридман Я.Б.* Механические свойства металлов. Том 1-2 / Я.Б. Фридман. – М.:Машиностроение, 1974. – 360 с.

7. *Белоцкий А.В.* Методические указания к лабораторным работам по курсу «Физические методы исследования металлов». Часть 1 / Сост. А.В. Белоцкий, А.Ф. Богданова, В.Г. Тиняев. – К.: КПИ, 1978. – 72 с. – С. 3- 47.

ТЕМА № 4

ДИЛАТОМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ МАТЕРІАЛІВ

1 Фізичні основи дилатометричного аналізу

Дилатометричний метод базується на вивченні теплового розширення металів і сплавів, яке є наслідком асиметрії сил притягування (при віддаленні атомів один від одного) і відштовхування (при їх зближенні) між атомами кристалічної ґратки в процесі коливальних рухів, які вони здійснюють відносно положення рівноваги.

При підвищенні температури, тобто при збільшенні енергії коливань атомів, асиметрія сил притягування і відштовхування зростає, що призводить до зміни об'єму і лінійних розмірів тіла (ця зміна є оборотною). Крім зворотної зміни розмірів, яка залежить тільки від температури тіла, розміри зразка також можуть змінюватися внаслідок фазових перетворень та алотропних чи інших внутрішніх перебудов. Останню обставину широко використовують для вивчення в металах і сплавах процесів, що пов'язані з поліморфними перетвореннями, розпадом пересичених твердих розчинів та іншими структурними змінами. Зазвичай саме різка зміна лінійних розмірів є найбільш чітким індикатором факту внутрішніх перетворень.

На рисунку 4.1 наведено типові криві термічного розширення матеріалів. Матеріал 1 не зазнає жодних перетворень протягом усього інтервалу вимірювань. В матеріалах 2 та 3 перетворення починаються при температурі t_1 , а закінчуються при температурі t_2 . При цьому в матеріалі 2 перетворення супроводжується прискореним збільшенням розмірів та зменшенням коефіцієнту термічного розширення після закінчення перетворення (крива після t_2 має менший кут нахилу). Навпаки, матеріал 3 внаслідок перетворень зменшується в об'ємі та має вищий коефіцієнт термічного розширення після перетворення.

Перебіг фазових перетворень в процесі термічного впливу зазвичай

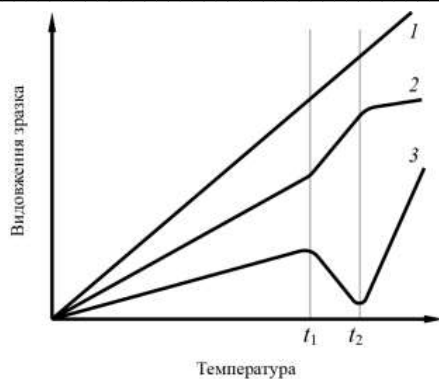


Рисунок 4.1 – Типові термічні криві матеріалів: 1 – без перетворень, 2 та 3 – з перетворенням, що супроводжується зміною розмірів та коефіцієнта термічного розширення

супроводжується значними об'ємними ефектами розширення або стиснення, величина яких може перевищувати об'ємні зміни, пов'язані із звичайним монотонним термічним розширенням. В зв'язку з цим при температурах фазових перетворень спостерігається стрибкоподібна зміна об'єму, лінійних розмірів і коефіцієнта розширення. Дане явище дозволяє встановити температури фазових перетворень (критичні точки), величину об'ємних ефектів, які при них спостерігаються та розрахувати коефіцієнти термічного розширення.

За характеристику теплового розширення тіла приймають термічний коефіцієнт лінійного розширення, який характеризує відносну зміну лінійних розмірів тіла при зміні його температури на один градус, [1/град]:

$$\alpha_{t_1} = \frac{1}{l_{t_1}} \times \frac{dl}{dt}, \quad (4.1)$$

де l – довжина тіла; t_1 – його температура.

В першому наближенні за істинний коефіцієнт термічного розширення приймають середнє значення розширення у вузькому інтервалі температур Δt біля температури t_1 :

$$\alpha_n = \frac{1}{l_1} \times \frac{\Delta l}{\Delta t} \quad (4.2)$$

Зміну об'єму при тепловому розширенні можна виразити рівнянням, аналогічним рівнянню (4.1):

$$\beta = \frac{1}{V} \times \frac{dV}{dt}, \quad (4.3)$$

де β – коефіцієнт об'ємного розширення; V – об'єм зразка.

Для ізотропних матеріалів кубічних систем $\beta = 3\alpha$. Для анізотропних матеріалів некубічних систем це співвідношення ускладнюється, та може бути виражене наступним чином:

$$\beta = \alpha_{||} + 2\alpha_{\perp}, \quad (4.4)$$

де $\alpha_{||}$, α_{\perp} – коефіцієнт лінійного розширення вздовж головної кристалографічної осі і в напрямку, перпендикулярному до неї, відповідно.

Експериментальне визначення коефіцієнтів розширення виконується в певному інтервалі температур $\Delta t = t_2 - t_1$, де t_1 – початкова, а t_2 – кінцева температури. Цим температурам відповідають об'єми зразків V_1 та V_2 або їх довжини l_1 і l_2 . Тоді можна записати:

$$\bar{\beta} = \frac{1}{V_1} \times \frac{\Delta V}{\Delta t} = \frac{1}{V_1} \times \frac{V_2 - V_1}{t_2 - t_1} \quad (4.5)$$

$$\bar{\alpha} = \frac{1}{l_1} \times \frac{\Delta l}{\Delta t} = \frac{1}{l_1} \times \frac{l_2 - l_1}{t_2 - t_1} \quad (4.6)$$

У даних виразах $\bar{\beta}$ та $\bar{\alpha}$ – середній об'ємний та середній лінійний коефіцієнти термічного розширення, відповідно. Вони визначені в

достатньо вузькому температурному інтервалі. На рисунку 4.2 схематично зображено можливі варіанти зміни об'ємного коефіцієнта термічного розширення. Значення середніх коефіцієнтів співпадають з істинними, якщо коефіцієнти розширення постійні, або лінійно залежать від температури (рис. 4.2, а).

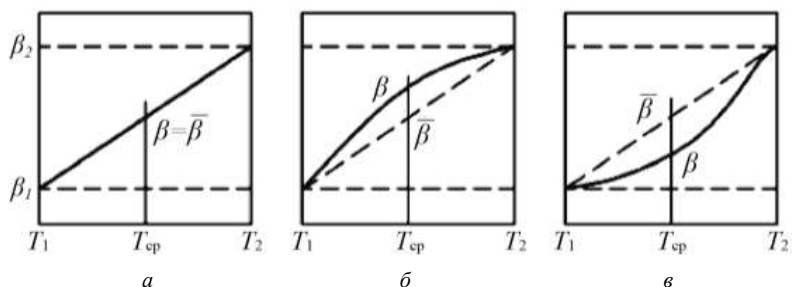


Рисунок 4.2 – Співвідношення між середнім ($\bar{\beta}$) та істинним (β) коефіцієнтами об'ємного теплового розширення матеріалу в залежності від загального виду кривої $\beta = f(t)$

Якщо залежність від температури має від'ємну кривизну (рис. 4.2, б), тобто $d^2\beta/dt^2 < 0$, то $\bar{\beta} < \beta$. В протилежному випадку, коли $d^2\beta/dt^2 > 0$ маємо $\bar{\beta} > \beta$ (рис. 4.2, в).

Для отримання достовірних результатів необхідно, щоб похибки визначення коефіцієнтів термічного розширення матеріалів були невеликі. Для цього потрібно правильно обрати температурні інтервали Δt . Для вимірювань при температурах до 10 К обирають $\Delta t \leq 1$ К, при температурах в інтервалі $0,1\theta < T < \theta$ (θ – температура Дебая¹) – $\Delta t \leq 10$ К. При $\theta < T < 2\theta$ всі параметри, що визначають рівень коефіцієнтів термічного розширення, практично не залежать від температури, і інтервал можна розширити до $\Delta t \approx 50^\circ$. Нарешті, в області $T > 2\theta$, в якій

¹ Температура Дебая – характеристика твердих тіл, яка має розмірність температури і визначає характер температурної залежності їх теплоємності. При температурах, нижчих за температуру Дебая, теплоємність кристалічної ґратки визначається акустичними коливаннями та пропорційна кубу температури. При температурах набагато вищих за температуру Дебая виконується закон Дюлонга-Пті, згідно якого теплоємність матеріалу є сталою величиною. Наприклад, для α -заліза $\theta = 464$ К.

температурна залежність коефіцієнту розширення має більш виражений характер, інтервал знову має бути зменшений. Конкретні значення обираються для кожного випадку окремо.

Середні значення коефіцієнту термічного розширення деяких залізо-вуглецевих фаз, що можуть бути присутні в сталях, наведено в таблиці 4.1.

Таблиця 4.1 – Лінійні коефіцієнти термічного розширення фаз вуглецевих сталей

Фаза	Ферит	Аустеніт	Мартенсит	Цементит	Графіт
Середній коефіцієнт розширення, $^{\circ}\text{C}^{-1}, \times 10^6$	14,5	23,0	9 – 11,5	12,5	7,5 – 8,5

Методики визначення теплового розширення матеріалів умовно можна розділити на дві основні групи:

- 1) прямі – безпосереднього визначення коефіцієнта термічного розширення;
- 2) відносні – базуються на порівнянні коефіцієнта термічного розширення досліджуваного матеріалу з коефіцієнтом розширення еталона.

Оскільки методики безпосереднього вимірювання довжини зразка в процесі нагрівання (охолодження) відносяться до досить складних метрологічних задач, для дослідження фазових перетворень в металах і сплавах зазвичай застосовують відносні методики.

Сукупність методів вимірювання термічного розширення тіл називається *дилатометрією*. Прилади для дослідження цих процесів називаються дилатометрами. У дослідницькій практиці застосовують дилатометри самих різних конструкцій: інтерферометричні, диференціальні (оптичні, кварцові), електричні тощо.

Отже, дилатометрія дозволяє вивчати в металах і сплавах внутрішні перетворення, які супроводжуються об'ємними змінами: алотропні, при відпуску сталі, рекристалізації матеріалів, графітизації чавуну, ізотермічному розпаді аустеніту тощо.

Вивчаючи перетворення в сталі при нагріванні і охолодженні

дилатометричним методом можливе визначення критичних точок шляхом виявлення перегинів на кривій «розширення зразка – температура».

Порушення неперервності в зміні довжини зразка при нагріванні і охолодженні пов'язано з тим, що перетворення із стану α в стан γ в чистому залізі супроводжується зменшенням питомого об'єму на 0,8 %, а у вуглецевій сталі – на 0,4 % (рис. 4.3). Аустеніт і структури, які можуть утворюватись в результаті його перетворення, за питомим об'ємом можна розмістити в порядку зростання наступним чином: аустеніт \rightarrow троостит \rightarrow сорбіт \rightarrow ферит \rightarrow мартенсит. Звідси випливає, що дилатометричний ефект перетворення при охолодженні сталі із аустенітного стану в значній мірі залежить від швидкості охолодження і вмісту в сталі вуглецю. Внаслідок того, що аустеніт має найменший об'єм, а мартенсит – найбільший, дилатометричний ефект із збільшенням швидкості охолодження буде зростати і досягне максимального значення при швидкості охолодження, яка відповідає верхній границі критичної швидкості мартенситного перетворення. Чим більше вуглецю міститься в сталі, тим більшим дилатометричним ефектом супроводжується її гартування.

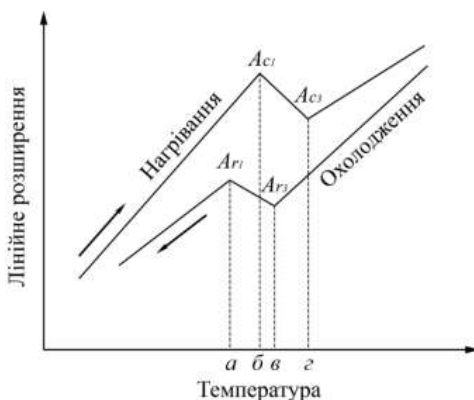


Рисунок 4.3 – Крива розширення і стиснення зразка з вуглецевої сталі при нагріванні і охолодженні

Отже, формою кривої на дилатограмі можливо визначити критичні точки фазових перетворень (рис. 4.3). Точка $б$ (рис. 4.3) відповідає

температурі початку зменшення об'єму зразка внаслідок перетворення частини фериту в аустеніт, тобто точці Ac_1 ; точка g відповідає повному перетворенню структури зразка в аустеніт (див. діаграму стану $Fe - Fe_3C$), тобто точці Ac_3 при нагріванні, а точки a та e – критичним точкам Ar_1 і Ar_3 при охолодженні, відповідно.

Якщо досліджуваний зразок був спочатку загартований, то дилатограма матиме вигляд, представлений на рисунку 4.4. При відпуску загартованої сталі відбувається три додаткових фазових перетворення, які супроводжуються зміною об'єму (довжини) зразка.

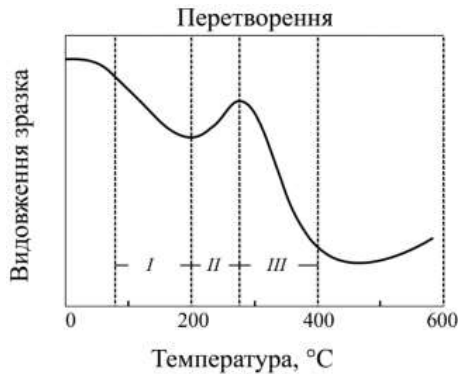


Рисунок 4.4 – Дилатограма відпуску загартованої вуглецевої сталі

Перше перетворення, яке відбувається в інтервалі температур до 200°C, характеризується зменшенням довжини зразка в зв'язку з тим, що тетрагональність ґратки мартенситу зменшується внаслідок виділення вуглецю у вигляді ϵ -карбіда із пересиченого α -твердого розчину (мартенситу). Процес розпаду мартенситу відбувається неперервно при нагріванні до температури 600...650°C.

При другому перетворенні в інтервалі температур 200...300°C відбувається розпад залишкового аустеніту з перетворенням його в мартенсит відпуску. При цьому склад продуктів розпаду залишкового аустеніту такий самий, як і склад продуктів розпаду мартенситу при тих самих температурах. Цей процес супроводжується збільшенням об'єму зразка.

Третє перетворення в інтервалі температур 300...400°C характеризується перетворенням низькотемпературного ϵ -карбіда в цементит. Об'єм зразка при цьому зменшується.

При більш високих температурах відпуску відбувається укрупнення (коагуляція) зернистих частинок цементиту, але довжина зразка змінюється лінійно до тих пір, поки температура нагрівання не досягне критичної точки A_{c1} . Тоді об'ємні зміни будуть такими самими, як і при нагріванні відпаленого зразка (рис. 4.3).

2 Устаткування, прилади та матеріали для проведення дилатометричного аналізу

2.1 Вибір матеріалу для дилатометричної трубки

В найпростішому випадку при використанні відносної дилатометричної методики проводять порівняння теплового розширення зразка з розширенням трубки, в якій він знаходиться. Трубку виготовляють із спеціального матеріалу, до властивостей якого висувається декілька вимог:

- жаростійкість (здатність опиратися окисленню при високих температурах);

- жароміцність (здатність витримувати високі температури під навантаженням без пластичного деформування);

- стала температурна залежність коефіцієнта лінійного розширення в робочому інтервалі температур (або постійний коефіцієнт лінійного розширення);

- низький коефіцієнт термічного розширення по відношенню до досліджуваного матеріалу;

- відсутність фазових перетворень в робочому інтервалі температур.

При дослідженнях в області температур до 1100°C такою речовиною може слугувати плавлений кварц, який має сталу температурну залежність коефіцієнта лінійного розширення до зазначеної температури та низький і

постійний коефіцієнт термічного розширення:

$$\alpha_{кв} = (0,55 \dots 0,56) \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1} \quad (4.7)$$

При температурах вищих за 1100°C плавлений кварц зазнає перетворення (утворюється кристобаліт), і його коефіцієнт лінійного розширення зростає до $7,0 \times 10^{-6} \text{град}^{-1}$, що обумовлює непридатність до використання в даному температурному інтервалі.

Для дилатометрів, які працюють при температурах, що перевищують 1100°C, застосовують трубки зі спеченого оксиду алюмінію, графіту, танталу та інших матеріалів.

2.2 Вибір матеріалу еталона

При температурах, віддалених від кімнатної, точно визначити об'єми перетворення досить складно, тому зазвичай використовують лінійний коефіцієнт термічного розширення. Для кращого виявлення навіть незначних лінійних ефектів фазових перетворень часто використовують дилатометри, які працюють за *диференційною* схемою, в якій вимірюється різниця видовжень зразка та еталона.

До матеріалу, з якого виготовляють еталони висувається ряд вимог:

- підвищена жаростійкість;
- задовільна жароміцність;
- відсутність фазових перетворень в інтервалі температур дослідження;
- коефіцієнти його термічного розширення повинні бути відомі та не сильно відрізнятись від таких для матеріалу;
- оборотність термічних властивостей (форма та розміри зразка та його коефіцієнт термічного розширення повинні залишатись незмінними при багаторазових нагріваннях і охолодженнях).

При дослідженні сталей в якості еталону найчастіше

використовують сплав на основі нікелю, який називається «пірос». Хімічний склад цього сплаву: нікель – 82 %, хром – 7 %, вольфрам – 5 %, залізо – 3 %, марганець – 3 %. Цей сплав не окислюється при високих температурах, не зазнає фазових перетворень до температури 1100°C, а його коефіцієнт лінійного розширення виміряний точно і за величиною він менший за коефіцієнт γ -Fe і більший за коефіцієнт α -Fe (табл. 4.2).

Таблиця 4.2 – Параметри розширення сплаву «пірос»

Температура, °C	Істинне відносне розширення «піроса» $\Delta_e \times 10^3$	$(\Delta_e - \Delta_k),$ 10^3	Істинний коефіцієнт розширення піроса, $\alpha \times 10^6$
50	0,65	0,62	13,14
100	1,32	1,27	13,53
150	2,01	1,92	13,93
200	2,71	2,60	14,38
250	3,43	3,29	14,91
300	4,18	4,02	15,46
350	4,97	4,77	15,97
400	5,78	5,56	16,46
450	6,61	6,37	16,93
500	7,47	7,20	17,37
550	8,35	8,05	17,81
600	9,25	8,92	18,24
650	10,17	9,82	18,65
700	11,11	10,73	19,01
750	12,07	11,66	19,37
800	13,05	12,61	19,73
850	14,05	13,58	20,09
900	15,06	14,57	20,45
950	16,09	15,57	20,81
1000	17,4	16,59	21,17

2.3 Конструкція та принципи роботи дилатометрів

2.3.1 Дилатометр з катком

Дилатометр з катком є приладом оптико-механічного типу. Зовнішній вигляд та принципова схема такого дилатометру наведені на рисунках 4.5 – 4.6.

Дилатометр складається із двох плоских блоків **3** та **4**, між якими затиснуто каток **5** малого діаметра. Один з блоків (**4**) закріплено на основі дилатометра, другий (**3**) – рухомий. Розширення зразка **1** при нагріванні передається через штовхач **2**. Кварцева трубка **13** зі зразком прикріплюється до основи дилатометра за допомогою перехідної муфти або фланцю **9**. Промінь світла від освітлювача **7** відхиляється дзеркальцем **6**, прикріпленим до катка. Таким чином, переміщення світлової плями («зайчика») вздовж шкали **8** пропорційне переміщенню рухомого блоку, тобто, розширенню зразка. Оскільки лінійне розширення матеріалів при нагріві зазвичай становить десятки мікрометрів, то для точного його вимірювання необхідно збільшити цю величину на декілька порядків. Для цього шкала **8** розташована на певній відстані від дзеркальця **6**. Відстань можна змінювати, пересуваючи шкалу по направляючій.

Роботу каткового дилатометра можна стабілізувати, якщо підтримувати каток **5** тонкою струною. Один кінець сталльної струни **10** діаметром 0,1 мм, яка проходить через каток, припаяний до опори **11** (рис. 4.5, б), а другий – закріплений гвинтом **12**. Використання підтримуючої струни дозволяє позбутися таких недоліків дилатометра, як перекося катка або зміщення світлового «зайчика» при випадкових поштовхах.

Кварцева трубка зі зразком нагрівається піччю **14**, температура нагріву якої регулюється за допомогою ЛАТРа **15**. ЛАТР (лабораторний автотрансформатор регульований) – це прилад, що призначений для плавного регулювання напруги. Зовнішній вигляд та принципова електрична схема ЛАТРа наведені на рисунку 4.7.

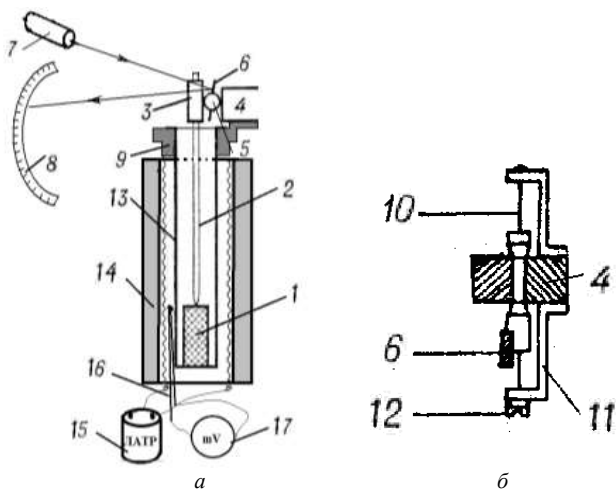


Рисунок 4.5 – Дилатометр з катком (*a* – принципова схема, *б* – схема стабілізації катка): 1 – зразок; 2 – шттовхач; 3 – рухомий блок; 4 – нерухомий блок; 5 – каток; 6 – дзеркало; 7 – освітлювач; 8 – шкала; 9 – фланець; 10 – струна; 11 – опора; 12 – гвинт; 13 – кварцова трубка; 14 – піч; 15 – ЛАТР; 16 – термопара; 17 – мілівольтметр

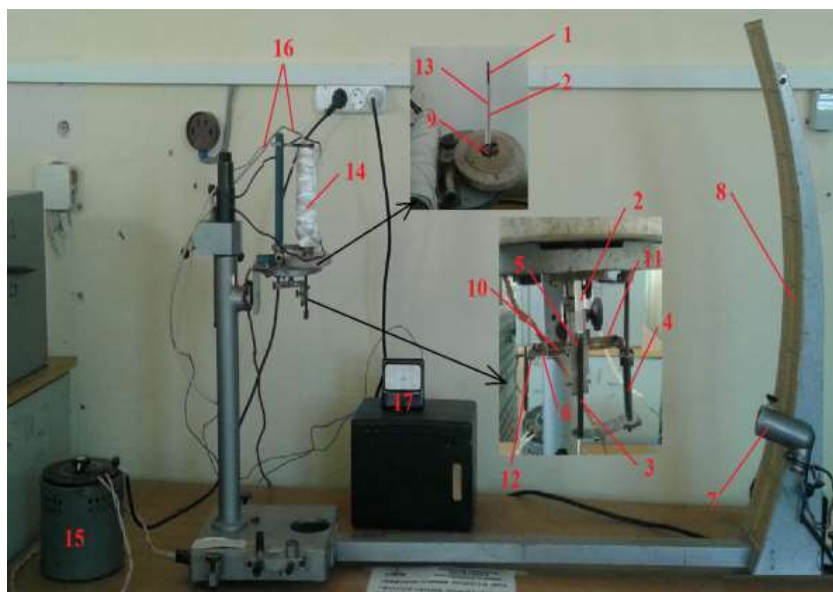


Рисунок 4.6 – Зовнішній вигляд дилатометра з катком (розшифровка позначок така сама, як на рисунку 4.5)

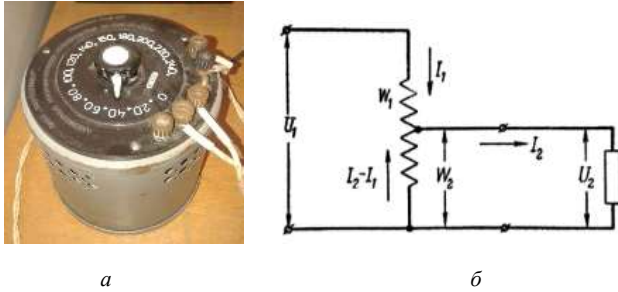


Рисунок 4.7 – Лабораторний автотрансформатор регульований: *а* – зовнішній вигляд, *б* – принципова електрична схема (U_1 – вхідна напруга (джерело струму), U_2 – вихідна напруга (споживач), I_1, I_2 – сила струму в обмотках, W_1, W_2 – кількість витків)

Окрім видовження зразка, при нагріванні необхідно визначати його температуру, яка вимірюється за допомогою хромель-алюмелевої термопари **16**. Значення температури визначається за показами мілівольметра **17**.

Переваги дилатометрів з катком – можливість фіксувати збільшену в 2000–4000 разів зміну довжини зразка і мала варіація цих показів, що дозволяє проводити вимірювання з точністю до 10^{-4} – 10^{-5} довжини зразка.

2.3.2 Диференційний дилатометр типу Шевенара

Одним з найбільш поширених диференційних приладів для визначення критичних точок в матеріалах і лінійного коефіцієнта їх термічного розширення є дилатометр типу Шевенара. На рисунку 4.8 зображено принципову схему диференційного дилатометра типу Шевенара та зовнішній вигляд його основних вузлів. Дилатометр має три основні частини: освітлювальний вузол, дилатометричний датчик і реєструючий апарат.

Дилатометричний датчик складається з двох кварцових трубок **3** (T_1 та T_2). В трубку T_1 вміщується еталон **2**, а в трубку T_2 – зразок, що досліджується **1**. Розмір еталону і зразка однаковий: діаметр 3,5 мм, довжина 50 мм. Зразок і еталон одним кінцем спираються в закриті кінці кварцових трубок, а іншим – в кварцові стрижні **4**. Для нагрівання зразка і

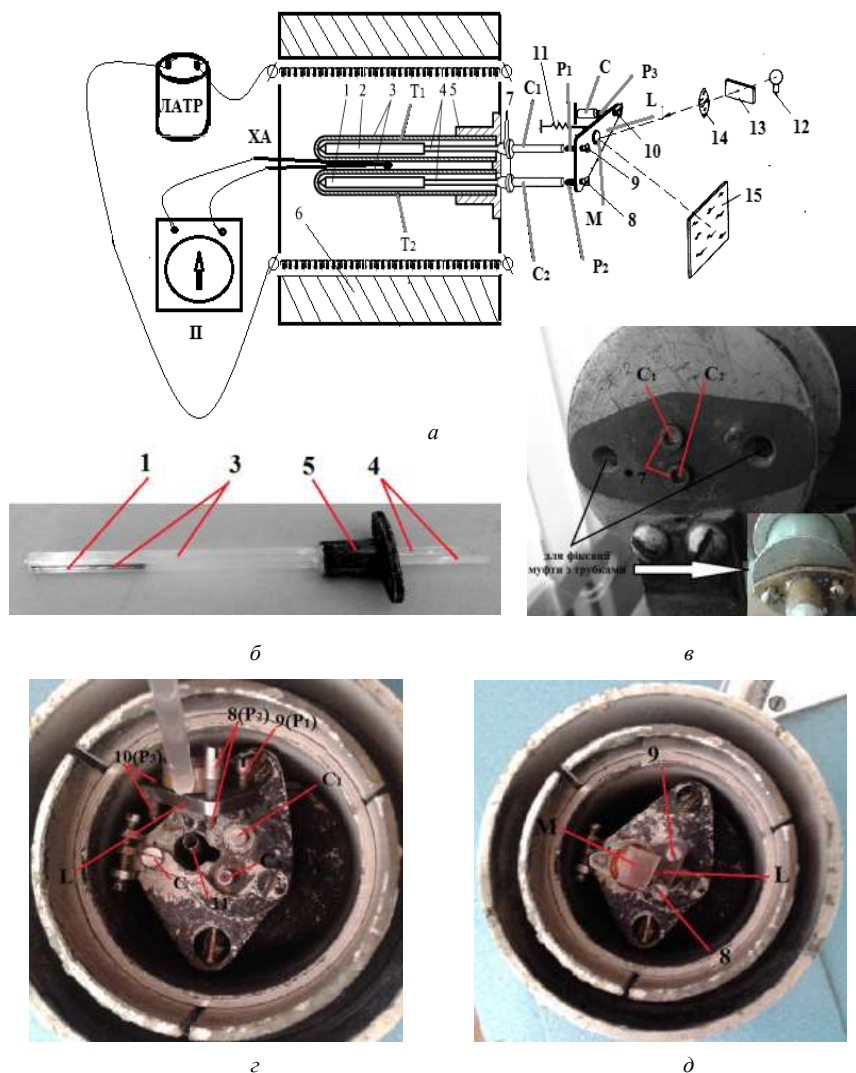


Рисунок 4.8 – Диференційний оптичний дилатометр типу Шевченара (*a* – принципова схема, *б* – кварцові трубки в муфті, *в* – головка дилатометра, *г* – піднятий оптичний трикутник, *д* – правильно встановлений оптичний важіль): 1 – зразок; 2 – еталон; 3 – кварцові трубки; 4 – кварцові штовхачі; 5 – муфта; 6 – електрична піч; 7 – притискаючі обмежувачі; 8, 9, 10 – мікрровинти; 11 – притискаюча пружина; 12 – лампочка; 13 – блок діафрагм; 14 – конденсор; 15 – матове скло (фотоплатина)

еталона дилатометр має стрижневу електричну піч **6**, яка може насуватися на кварцові трубки.

Термічне розширення зразка і еталона при нагріванні передається кварцовим стрижням, а від них – стрижням-виштовхувачам **C₁** і **C₂** із сплаву типу «інвар», і далі – рухомим опорам **P₁** і **P₂** оптичного важеля **L**, на якому укріплено увігнуте дзеркальце **M** з фокусною відстанню біля 1,0 м. Стрижні **C₁** і **C₂** за допомогою обмежувачів **7** притискаються до кварцових штовхачів для усунення зазорів між зразками і оптичним важелем. Застосування сплаву типу «інвар» (Fe + 36 % Ni) зумовлено тим, що він в широкому інтервалі температур має незначний ($0,5 \div 1,5 \times 10^{-6}$ град⁻¹) та постійний коефіцієнт термічного розширення.

Оптичний важіль **L** являє собою прямокутний трикутник, виготовлений із сплаву типу «інвар» і має в кожному куті по мікроскопічному гвинту **8-10** з вістрями. Вістрям **P₁** важіль спирається на плоску поверхню стрижня **C₁**, вістрям **P₂** – в заглиблення на стрижні **C₂** і вістрям **P₃** – в опору з горизонтальною канавкою нерухомого блоку **C**.

Оптичний трикутник притискається до опор **C₁**, **C₂**, **C** за допомогою пружини **11**. При розширенні зразка або еталона оптичний важіль **L** під їх тиском відходить від свого початкового положення, а при їх скороченні – рухається в зворотному напрямку під дією пружини.

Освітлювальний вузол складається з електричної лампочки **12**, яка живиться від понижуючого трансформатора, конденсатора **14**, блока діафрагм **13**, схема якого представлена на рисунку 4.9.

Блок діафрагм **13** являє собою плоску пластину, в якій є діафрагма **3** діаметром 3 мм для юстування дилатометру, робоча діафрагма **4** діаметром 0,15 мм і щільова діафрагма **2** шириною 0,15 мм для нанесення позначок на дилатометричну криву (рис. 4.9, б). Остання відкривається при включенні електромагнітного затвора **1**.

Освітлювальний вузол з електромагнітним затвором **1** може пересуватись вгору і вниз по напрямним планкам, закріпленим на фронтальній стінці фотокамери **15**. Хід променів від освітлювача до реєструючої частини предствлено на рисунку 4.8.

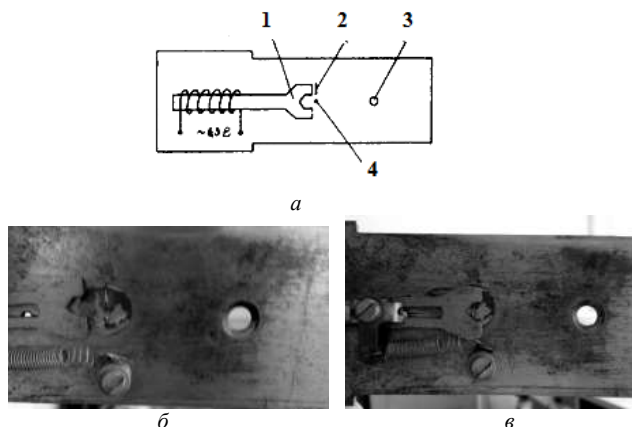


Рисунок 4.9 – Блок діаграм освітлювального вузла (*а* – схема, *б* – відкрита щільова діафрагма, *в* – робоче положення): 1 – електромагнітний затвор, 2 – щільова діафрагма, 3 – юстувальна діафрагма, 4 – робоча діафрагма

Реєструюча частина складається із камери з фотопластинкою або фотоплівкою **15** (замість фотозапису можна використовувати тонке скло (або кальку), на якому олівцем відмічають положення «світлового зайчика» в процесі нагрівання чи ізотермічної витримки) та хромель-алюмелевої термопари **ХА**, підключеної до автоматичного потенціометра **П**.

Під час дослідження світло від електричної лампочки **12** проходить через діафрагму **4** та фокусується лінзою **14** на увігнутому дзеркальці **М**. Після відбиття від нього промінь утворює на матовому склі (чи фотопластинці) **15** світлову точку. При нагріванні зразок і еталон розширюються і через всю рухому систему повертають дзеркальце. Світлова точка при цьому зміщується.

Температура в електропечі регулюється за допомогою терморегулятора. ЛАТРом можна плавно змінювати напругу, яка подається на обмотку електропечі (рукоятку ЛАТРа треба переміщувати за годинниковою стрілкою в межах 0...160 В).

Всі основні частини дилатометра розміщені на одній станині і можуть переміщуватися по напрямним призмам.

2.3.3 Правила переміщення світлової точки при диференційному дилатометричному аналізі

Досліджуваний зразок і еталон розширюються в більшості випадків по-різному і в зв'язку з цим світловий «зайчик» (світлова точка) під впливом кожного з них буде рухатися в різних напрямках (рис. 4.10).

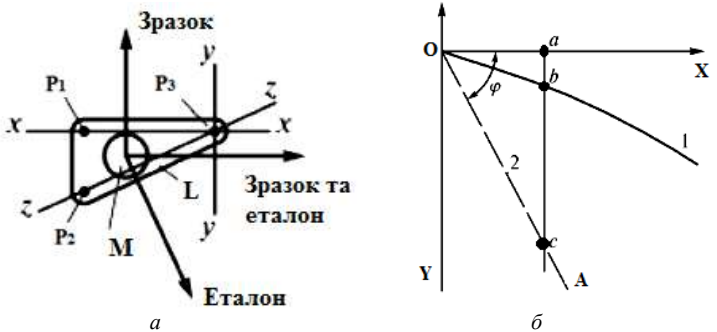


Рисунок 4.10 – Диференційний дилатометричний аналіз: *a* – схема руху оптичного важеля (P_1 , P_2 , P_3 – опори; M – дзеркало; L – оптичний важіль); *b* – вид дилатометричної кривої (**1** – дилатометрична крива, **2** – напрямок розширення еталону)

Тому крива, яку описує світлова точка при спільному розширенні еталона і зразка, буде мати складний характер, який визначається різницею їх коефіцієнтів розширення. Розглянемо переміщення світлової точки на матовому склі при дилатометричному дослідженні матеріалу. При розширенні лише еталону (зразок замінюється на кварцовий стрижень такого ж розміру) буде рухатися лише опора P_1 та оптичний важіль з дзеркальцем M буде обертатися навколо нерухомої нахиленої осі $z-z$, що проходить через опори P_2 та P_3 (рис. 4.10, *a*). Світлова точка O на фотопластинці буде рухатися прямо по пунктирній лінії **2** (рис. 4.10, *b*) – напрямком «Еталон» на рисунку 4.10, *a*.

Якщо припустити, що розширюється тільки зразок при нерухомому еталоні (аналогічним чином еталон замінюють на кварцовий стрижень), то оптичний важіль із дзеркальцем M внаслідок руху лише опори P_2 буде обертатись навколо горизонтальної осі $x-x$, що проходить через опори P_1 та P_3 , і світлова точка на фотопластинці буде переміщуватись по вертикалі

вгору (напрямок «Зразок» на рис. 4.10, *a*).

При одночасному нагріванні зразка і еталона, за умови їх однакового розширення (або при використанні двох еталонів), оптичний важіль з дзеркальцем буде повертатися навколо вертикальної осі *y-y* (рис. 4.10, *a*), і світлова точка рухатиметься по горизонтальній траєкторії (напрямок «Зразок та еталон» на рисунку 4.10, *a*).

Оскільки насправді еталон та зразок розширюються по-різному, то дилатометрична крива буде знаходитися між горизонтальною віссю та прямою 2 (рис. 4.10, *б*, крива 1).

2.3.4. Градування дилатометрів

Процес градування дилатометру полягає у визначенні коефіцієнтів збільшення оптичної системи приладу та побудові температурної сітки (для диференційного дилатометру).

Температура нагріву в дилатометрах при використанні термопар визначається за показами мілівольметра, які перераховуються в градуси за шкалою Цельсія згідно формули (для хромель-алюмелевої термопар):

$$T_{x-a} = 24,083 \times U + 20, \quad (4.8)$$

де U – напруга у мВ. Для термопар з інших матеріалів співвідношення напруги та температури інакше.

Коефіцієнт збільшення дилатометра дозволяє вимірювати зміну розмірів досліджуваного зразка при температурному впливі з високою точністю. При розрахунках коефіцієнта лінійного розширення матеріалу за допомогою прямої дилатометричної методики, коефіцієнт збільшення дилатометра з катком K дорівнює відношенню довжини оптичного важіля дзеркала (радіуса шкали) R до радіуса катка r :

$$K = \frac{R}{r} \quad (4.9)$$

Зазвичай ця величина складає від 1000 до 3000 разів.

Для можливості отримання достовірних результатів та правильного аналізу дилатометричної кривої перед початком досліджень за диференційною методикою необхідно виконати налаштування дилатометра типу Шевенара. Цей процес включає в себе перевірку координатних осей і визначення коефіцієнтів збільшення по осях.

Для перевірки правильного положення вертикальної осі між стрижнями-виштовхувачами C_1 та C_2 й притискаючими обмежувачами **7** (рис. 4.8, а) вставляється плитка Йогансона (рис. 4.11) товщиною 1 мм.



Рисунок 4.11 – Набір плиток Йогансона різної товщини

Обертанням гвинтів **9** та **10** і переміщенням планок світлового вузла «світловий зайчик» приводиться в крайнє ліве нижнє положення на одну із вертикальних ліній матового скла в початок координат.

Потім, обережно видаливши із-під стрижня C_2 плитку Йогансона товщиною 1 мм, вставляють на її місце плитку товщиною 1,3 мм.

В результаті збільшення товщини плити «світловий зайчик» із крайнього нижнього положення повинен зміститись вгору, весь час перебуваючи на початковій вертикалі, і повернутись в вихідне положення при підкладанні плити товщиною 1 мм під обидва стрижня (за технічними умовами зміщення допускається в межах $\pm 0,5$ мм).

Для перевірки правильного положення горизонтальної осі так само, як і в попередньому випадку, між стрижнями C_1 та C_2 й притискаючими обмежувачами **7** (рис. 4.10, *a*) вставляється плитка Йогансона товщиною 1 мм, а «світловий зайчик» приводиться в крайнє ліве верхнє положення на одну із горизонтальних ліній матового скла в початку координат. Після обережного видалення плитки товщиною 1 мм під обидва стрижня C_1 та C_2 встановлюється плитка товщиною 1,3 мм. В результаті збільшення товщини плитки «світловий зайчик» із крайнього лівого положення повинен зміститись вправо, знаходячись весь час на початковій горизонталі, і повернутись у вихідне положення при встановленні плитки товщиною 1 мм (за технічними умовами зміщення допускається в межах $\pm 0,5$ мм). Якщо при перевірці вказаного результату не отримали, звертаються до регулювання осі OX за допомогою обертання ексцентрикового гвинта **8**.

Для визначення коефіцієнтів збільшення по осям диференційного оптичного дилатометра необхідно виконати низку вимірювань.

Відносне розширення зразка $\frac{l_t - l_3}{l_3}$ позначимо через Δ_3 , для еталона і кварца відповідно матимемо Δ_e і Δ_k .

Нехай початкові довжини зразка, еталона і кварца однакові: $l_3 = l_e = l_k$.

Збільшення по горизонтальній осі OX позначимо через K_1 , по вертикальній осі OY через K_2 і по осі OA через K_3 (рис. 4.10, *b*). Тоді переміщення світлової точки по осі OX , що відповідає однаковому розширенню зразка і еталона можна записати:

$$OX = K_1(\Delta_e - \Delta_k)l_3 \quad (4.10)$$

Аналогічно визначаються переміщення, що відповідають розширенню:

- тільки еталона (вісь OA):

$$OA = K_3(\Delta_e - \Delta_k)l_3 \quad (4.11)$$

- тільки зразка (вісь OY):

$$OY = -K_2(\Delta_3 - \Delta_k)l_3 \quad (4.12)$$

Знайдемо співвідношення між K_1 і K_2 . Для цього розглянемо довільну точку b на дилатометричній кривій (рис. 4.10, б). На цьому рисунку у відповідності до (4.10) і (4.12) буде:

$$\begin{aligned} Oa &= X = K_1l_3(\Delta_e - \Delta_k); \\ ab &= Y_1 = K_2l_3(\Delta_e - \Delta_3); \\ bc &= Y_2 = K_2l_3(\Delta_3 - \Delta_k); \\ ac &= Y = K_2l_3(-\Delta_e - \Delta_k). \end{aligned} \quad (4.13)$$

Знайдемо тангенс кута нахилу осі OA (нехтуючи знаками):

$$\operatorname{tg}\varphi = \frac{ac}{Oa} = \frac{Y_1 + Y_2}{X} = \frac{K_2l_3(-\Delta_e + \Delta_k)}{K_1l_3(\Delta_e - \Delta_k)} = \frac{K_2}{K_1} \quad (4.14)$$

Таким чином, якщо відомі K_1 і $\operatorname{tg}\varphi$, то можна легко дізнатися коефіцієнт K_2 :

$$K_2 = K_1 \times \operatorname{tg}\varphi \quad (4.15)$$

Для визначення K_1 , тобто для градуювання осі OX , треба використати два однакових еталона із піроса. Еталони поміщають в обидві трубки дилатометра, між ними закріплюють добре калібровану термопару і нагрівають. При нагріванні роблять температурні позначки через кожні 50°C і таким чином отримують різницю розширень при нагріві до 50, 100,

150°C і т.д. Для обчислення K_I за формулою (4.10) треба знати різницю відносних розширень еталона із піроса і кварцової трубки такої ж довжини, яку можна визначати за формулою:

$$\Delta_e - \Delta_k = 12,13 \times 10^{-6} t + 0,525 \times 10^8 t^2 \quad (4.16)$$

або за допомогою даних таблиці 4.2.

Із (4.10) і (4.16) легко обчислити K_I для будь-якої температури:

$$K_1^{50} = \frac{X_{50^\circ C}}{l_3 (\Delta_e - \Delta_k)_{50^\circ C}},$$

$$K_1^{100} = \frac{X_{100^\circ C}}{l_3 (\Delta_e - \Delta_k)_{100^\circ C}}, \quad (4.17)$$

і т.д.

Величини K_I використовують для обчислення середнього значення $\overline{K_1}$, яке приймають за коефіцієнт збільшення по осі OX .

Значення K_2 можна знайти, використовуючи еталон із піроса, поміщений в трубку T_2 , і здійснити нагрівання, запис і обчислення, аналогічні тим, що виконувались для K_I , або скористатися формулою (4.15).

3 Методика розрахунку коефіцієнту термічного розширення матеріалів

3.1 При прямому дилатометричному аналізі

При розрахунку коефіцієнта термічного розширення слід враховувати, що при нагріванні розширюється не тільки зразок, а й кварцова трубка; тому показання дилатометра відповідають різниці цих розширень. Слід зазначити, що розширення трубки за границями довжини

зразка компенсується таким самим розширенням кварцового штовхача.

При розрахунках коефіцієнта лінійного розширення з використанням первинних параметрів, отриманих за допомогою дилатометра з катком, необхідно враховувати і коефіцієнт збільшення дилатометра K . Для дилатометра, який наявний в кафедральній лабораторії фізичних методів дослідження коефіцієнт збільшення становить 2000 разів ($R = 1000$ мм, $r = 0,5$ мм).

Тоді покази дилатометра при певній температурі, що відраховуються за шкалою, дорівнюватимуть

$$n = K(\Delta l_3 - \Delta l_k), \quad (4.18)$$

де Δl_3 , Δl_k – видовження, зразка і такої ж за розмірами ділянки кварцової трубки відповідно.

Середній коефіцієнт термічного розширення буде дорівнювати:

$$n_2 - n_1 = K[(l_3^{(2)} - l_3^{(1)}) - (l_k^{(2)} - l_k^{(1)})], \quad (4.19)$$

де n_1 і n_2 – показання дилатометра при температурі t_1 і t_2 , відповідно.

Поділивши обидві частини (4.19) на $Kl_3^{(1)}(t_2 - t_1)$, де $l_3^{(1)}$ – початкова довжина зразка, отримаємо:

$$\frac{n_2 - n_1}{Kl_3^{(1)}(t_2 - t_1)} = \frac{l_3^{(2)} - l_3^{(1)}}{l_3^{(1)}(t_2 - t_1)} - \frac{l_k^{(2)} - l_k^{(1)}}{l_3^{(1)}(t_2 - t_1)}, \quad (4.20)$$

звідки, згідно формули (4.2):

$$\alpha_3^{t_2, t_1} = \alpha_k^{t_2, t_1} + \frac{n_2 - n_1}{Kl_3^{(1)}(t_2 - t_1)} \quad (4.21)$$

Істинний коефіцієнт термічного розширення можна отримати із

виразу (4.20), замінивши $\frac{n_2 - n_1}{t_2 - t_1}$ на $\frac{dn}{dt}$. Останню величину визначають графічно або чисельним диференціюванням дилатометричної кривої.

Таким чином:

$$\alpha'_3 = \alpha_k + \frac{1}{Kl_3} \frac{dn}{dt} \quad (4.22)$$

або, приймаючи до уваги масштаби вздовж осей розширення та температури, M_n і M_t , відповідно, отримуємо:

$$\alpha'_3 = \alpha_k + \frac{1}{Kl_3} \frac{M_n}{M_t} \operatorname{tg} \varphi, \quad (4.23)$$

де φ – кут нахилу дотичної до дилатограми в точці, яка відповідає температурі t .

3.2 При диференційному дилатометричному аналізі

Для визначення температур та об'ємних ефектів, що відбуваються в сталі при нагріві та охолодженні, необхідно спочатку проградувати дилатометр і побудувати градуовальну сітку.

Градуовальну сітку, яка використовується для розшифровки дилатометричних кривих, будують наступним чином.

Спочатку визначають масштаб по осі температур через кожні 100°C, знаючи коефіцієнт збільшення K_t , мм:

$$X_T = \bar{K}_t l_3 (\Delta_e - \Delta_k)_T, \quad (4.24)$$

де T – значення температури в 100, 200, 300°C і т.д. відповідно.

Масштаб по осі OY обирають таким, що дорівнює 0,1% видовження, тобто 0,001 мм на 1 мм довжини зразка. Геометричну величину цієї

одиниці на дилатограмі можна обчислити за формулою (мм):

$$\eta = 0,001 \times \bar{K}_2 \times l_3 \quad (4.25)$$

Для зручності роботи градувальну сітку креслять на прозорому матеріалі – кальці або тонкому оргсклі.

Сітку накладають на дилатограму і визначають температуру, при якій відбуваються фазові перетворення в сплаві. Або можна попередньо зробити сітку, встановити її на екран **15** (рис. 4.8, *a*) та знімати дилатограму безпосередньо на градувальну сітку.

Перед початком експерименту еталон поміщають в верхню трубку T_1 , а зразок – в нижню трубку T_2 (рис. 4.8) дилатометра типу Шевенара. Змінюючи положення повзунка на ЛАТРі, нагрівають кварцеві трубки. При цьому світловий «зайчик» опише деяку характерну для даного зразка криву (рис. 4.12).

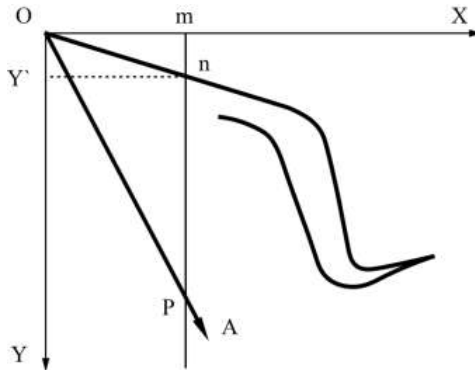


Рисунок 4.12 – Процес визначення істинного коефіцієнта лінійного розширення по диференційній дилатограмі матеріалу

Якщо коефіцієнти розширення зразка α_z і пірса α_e , однакові, то крива проходить паралельно осі OX . При $\alpha_z > \alpha_e$ крива утворює додатний кут з віссю OX і проходить вище неї; при $\alpha_z < \alpha_e$ – кут від’ємний і крива розташована нижче осі OX . Стискання зразка призводить до різкого спаду кривої, що дозволяє чітко виявити температури фазових перетворень.

3.2.1 Визначення температур критичних точок

Після отримання дилатограми сталі на неї наноситься градувальна сітка (або дилатограма знімається одразу на папері з сіткою). За допомогою сітки легко встановити температури перетворень A_{c1} та A_{c3} при нагріванні та A_{r1} і A_{r3} при охолодженні. Початок та кінець кожного фазового перетворення в матеріалі обумовлює зміну кута нахилу дилатометричної кривої. Температури точок перегинів на графіку і є відповідними критичними точками. Для кожної марки сталі температури критичних точок будуть відрізнятися, значення для деяких з них наведені в таблиці 4.3.

Таблиця 4.3 – Температури критичних точок в сталях

Марка сталі	Критичні точки, °C°			
	A_{c1}	A_{c3}	A_{r1}	A_{r3}
Армко	–	910		
10	730	874	680	954
20	735	854	682	835
40	727	788	690	727
У7	730	770	693	727
У8	730	–	698	–
У10	730	800		
У12	730	820		

Таким чином, знаючи температури початку та закінчення фазового перетворення можна встановити марку сталі.

3.2.2 Визначення істинного коефіцієнта лінійного розширення

Коли температури критичних точок відомі можливе визначення коефіцієнта лінійного розширення сталі в кожному з температурних інтервалів. Для цього на дилатограмі (рис. 4.12) оберемо довільну точку n .

Відрізок осі OX , який відповідає цій точці (Om), пропорційний різниці розширення еталона і кварца, із якого виготовлена трубка T_1 :

$$Om = K_1 l_3 (\Delta_e - \Delta_k) \quad (4.26)$$

Відрізок mn , паралельний осі OY , пропорційний різниці розширень досліджуваного зразка і еталона:

$$OY' = K_2 l_3 (\Delta_3 - \Delta_e), \quad (4.27)$$

де K_1, K_2 – збільшення дилатометра по осі OX та OY , відповідно; l_3 – довжина зразка; Δ_3, Δ_e – відносні розширення зразка та еталона, відповідно.

Істинний коефіцієнт лінійного розширення зразка у відповідності до формули (4.1) дорівнює:

$$\alpha_3 = \frac{1}{l_3} \frac{dl}{dt} \quad (4.28)$$

У випадку диференційної кривої координата OY' має складну залежність від температури, тому похідну dY'/dt зручно представити, ввівши проміжну змінну у такому вигляді:

$$\frac{dY'}{dt} = \frac{dY'}{dx} \frac{dx}{dt} \quad (4.29)$$

Тоді:

$$\begin{aligned} \frac{dY'}{dt} &= K_2 l_3 (\alpha_3 - \alpha_e), \\ \frac{dx}{dt} &= K_1 l_3 (\alpha_e - \alpha_k), \end{aligned} \quad (4.30)$$

де $\alpha_3, \alpha_e, \alpha_k$ – коефіцієнти лінійного розширення зразка, еталона і кварца відповідно.

Підставляючи значення $\frac{dY'}{dt}$ і $\frac{dx}{dt}$ в формулу (4.29), отримуємо:

$$K_2 l_3 (\alpha_3 - \alpha_e) = K_1 l_3 (\alpha_e - \alpha_k) \frac{dY'}{dx}$$

Звідси:

$$\alpha_3 = \alpha_e + \frac{K_1}{K_2} (\alpha_e - \alpha_k) \frac{dY'}{dx} \quad (4.31)$$

За формулою (4.31) розраховують α_3 для заданої температури; при цьому α_e та $(\alpha_e - \alpha_k)$ визначають із таблиці 4.2, dY'/dt визначають графічним диференціюванням (рис. 4.12): $\frac{dY'}{dx} = \operatorname{tg} \varphi$, де φ – кут нахилу дотичної до осі OX для даної температури (при обчисленнях треба враховувати знак тангенса, який в четвертому квадранті буде від'ємним).

3.2.3 Визначення середнього коефіцієнта термічного розширення в інтервалі температур

Позначимо через Z_1 та Z_2 відрізки вертикальних прямих, що знаходяться між дилатограмою та лінією розширення еталону OA (рис. 4.13). У відповідності до формул (4.13):

$$Z_1 = K_2 l_3 (\Delta_3 - \Delta_k)_{T_1}; \quad Z_2 = K_2 l_3 (\Delta_3 - \Delta_k)_{T_2}$$

Тоді отримуємо:

$$\begin{aligned} Z_2 - Z_1 &= K_2 l_3 [(\Delta_{3T_2} - \Delta_{3T_1}) - (\Delta_{kT_2} - \Delta_{kT_1})] = \\ &= K_2 l_3 \left(\frac{l_{3T_2} - l_{3T_1}}{l_3} - \frac{l_{kT_2} - l_{kT_1}}{l_3} \right) \end{aligned}$$

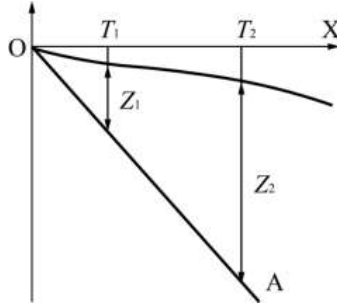


Рисунок 4.13 – Розрахунок середнього коефіцієнта термічного розширення в інтервалі температур $T_1 - T_2$

Поділивши останній вираз на $K_2 l_3 (T_2 - T_1)$, отримуємо:

$$\frac{Z_2 - Z_1}{K_2 l_3 (T_2 - T_1)} = \frac{l_{\alpha T_2} - l_{\alpha T_1}}{l_3 (T_2 - T_1)} - \frac{l_{KT_2} - l_{KT_1}}{l_3 (T_2 - T_1)} \quad (4.32)$$

Звідси:

$$\bar{\alpha}_3 = \bar{\alpha}_k + \frac{Z_2 - Z_1}{K_2 l_3 (T_2 - T_1)} \quad (4.33)$$

3.2.4 Оцінка дилатометричного ефекту фазового перетворення

Нехай в сплаві в температурному інтервалі $T_{\text{п}} - T_{\text{к}}$ відбувається фазове перетворення, що супроводжується зменшенням об'єму (рис. 4.14). Внаслідок цього перетворення коефіцієнт лінійного розширення зразка змінюється від $\alpha_{\text{п}}$ до $\alpha_{\text{к}}$. У випадку відсутності перетворення та незмінності $\alpha_{\text{п}}$ при нагріві до температури $T_{\text{к}}$ світловий «зайчик» опинився б в точці e на продовженні ділянки Oa дилатограми. Продовжимо ділянку ih дилатограми, що відповідає нагріву після завершення перетворення, до температури початку перетворення – точки f . Неважко впевнитися, що відрізок gc , який з'єднує між собою середини відрізків ae та fh , і є дилатометричним ефектом перетворення.

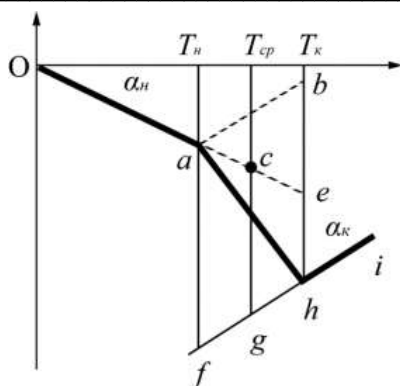


Рисунок 4.14 – Визначення дилатометричного ефекту фазового перетворення

Даний спосіб визначення дилатометричного ефекту перетворення припускає рівномірність шкали температур, що справедливо лише на невеликих температурних інтервалах.

Величина дилатометричних ефектів перетворень в сталях суттєво залежить від вмісту вуглецю. Чим більший вміст вуглецю, тим меншим лінійним ефектом супроводжується формування аустеніту (рис. 4.15).

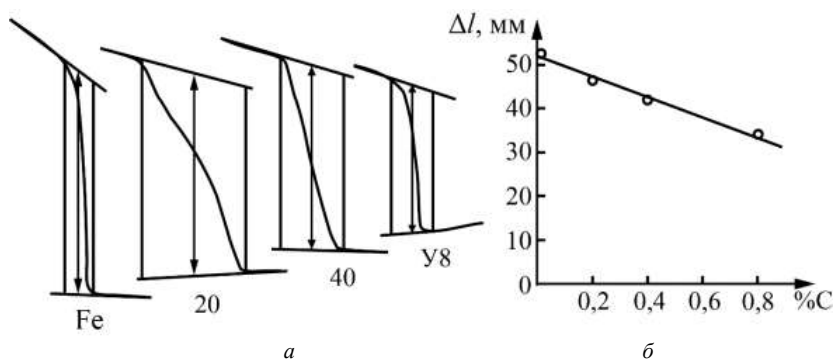


Рисунок 4.15 – Фрагменти дилатодіаграм нагріву заліза та вуглецевих сталей (а) та залежність дилатометричного ефекту формування аустеніту від вмісту вуглецю в сталі (б)

Контрольні запитання до теми №4

1. В чому полягає сутність дилатометричного методу?
2. Опишіть будову і принцип дії дилатометра з катком.
3. Опишіть будову і принцип дії диференційного дилатометра типу

Шевенара.

4. Яка основна характеристика дилатометра з катком і як її можна змінити?

5. Які існують критичні точки в сталі?

6. Чому для визначення критичних точок можна застосовувати дилатометричний метод?

7. В чому полягає сутність диференційного дилатометричного аналізу? В чому особливість цієї методики?

8. Який сплав застосовується в якості еталона та якими властивостями він повинен володіти?

9. Як перевірити правильність руху «зайчика» вздовж осей диференційного дилатометра?

10. Як проводиться градування диференційного дилатометра типу Шевенара?

11. Яке збільшення можна отримати за допомогою диференційного дилатометра? Як відрізняється рух «зайчика» в катковому дилатометрі та дилатометрі Шевенара?

12. За рахунок чого в диференційній дилатометрії більша точність в порівнянні з простим дилатометричним аналізом?

13. Як проводиться запис дилатограми в диференційній дилатометрії?

14. Чим відрізняються дилатограми загартованої та незагартованої сталі?

15. Як швидкість охолодження матеріалу впливає на величину температур критичних точок в сталях? Чому?

16. Як залежить дилатометричний ефект фазового перетворення в сталі від вмісту вуглецю? Чому?

Практичні завдання до теми №4

1. Ознайомитись з конструкцією та принципом роботи дилатометра з катком.

2. Побудувати дилатометричну криву в процесі відпуску загартованої сталі за допомогою дилатометра з катком.

3. Визначити термічні коефіцієнти лінійного розширення різних структурних складових сталі.

4. Ознайомитись з конструкцією та принципом роботи диференційного оптичного дилатометра типу Шевенара.

5. Опанувати алгоритм дій при юстуванні диференційного оптичного дилатометра типу Шевенара.

6. Опанувати методики побудови градуювальної сітки і виконання її побудови.

7. Отримати диференційну дилатометричну криву при нагріві зразка до 900°C та охолодженні з використанням градуювальної сітки.

8. Визначити критичні точки.

9. Розрахувати істинний коефіцієнт термічного розширення при температурах, зазначених викладачем.

10. Розрахувати середній коефіцієнт термічного розширення в кожному з температурних інтервалів при нагріві зразка.

11. Оцінити дилатометричний ефект фазового перетворення ($\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$).

12. Визначити залежність величини дилатометричного ефекту від вмісту вуглецю в матеріалі.

13. Проаналізувати результати та сформулювати висновки.

Перелік літератури до теми №4

1. *Геллер Ю.А.* Материаловедение (методы анализа, лабораторные работы и задачи) / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1975. – 448 с. – С. 101-110.
2. *Лившиц Б.Г.* Физические свойства металлов и сплавов / Б.Г. Лившиц, В.С. Крапошин, Я.Л. Линецкий. – М.: Металлургия, 1980. – 320 с. – С.279-287.
3. *Гуляев П.А.* Металловедение / П.А. Гуляев. – М.: Металлургия, 1978. – 646 с. – С.230-234.
4. *Грешта В.Л.* Методичні вказівки до лабораторних робіт з дисципліни «Фізичні властивості металів» / В.Л. Грешта, О.В. Климов, О.А. Глотка, Д.В. Ткач. – ЗНТУ, 2010. – 82 с. – С. 27-34.
5. *Журавлев Л.Г.* Физические методы исследования металлов и сплавов: Учеб. пособие / Л.Г. Журавлев, В.И. Филатов. – Челябинск: ЮУрГУ, 2004. – 157 с. – С.29-34, 39-52.
6. *Черепин В.Т.* Экспериментальная техника в физическом металловедении / В.Т. Черепин – К.: Техника, 1968. – 186 с.
7. *Богданова А.Ф.* Методические указания к лабораторным работам по курсу «Физические методы исследования металлов». Часть III. Раздел «Дилатометрические и тепловые методы» / Сост. А.Ф. Богданова, В.Г. Тиняев. – К.: КПИ, 1989. – 40 с.

ТЕМА № 5

РЕЗИСТОМЕТРИЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ МЕТАЛЕВИХ МАТЕРІАЛІВ

1 Фізичні основи резистометричного аналізу

Провідниками електричного струму можуть бути тверді речовини, рідини та деякі гази при певних умовах. Metали та їх сплави мають найбільше практичне застосування як провідникові матеріали. Класифікацію провідникових матеріалів представлено на рисунку 5.1.

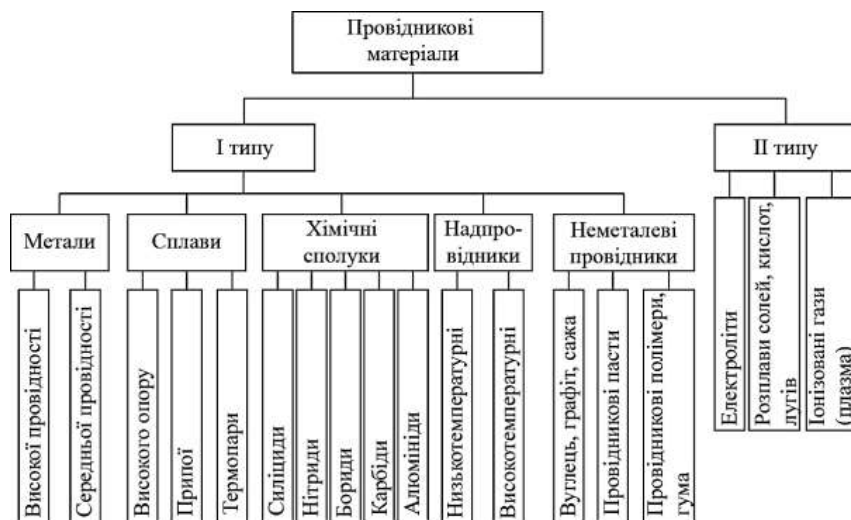


Рисунок 5.1 – Класифікація провідникових матеріалів

Електричний опір – структурно-чутлива властивість матеріалів чинити опір проходженню електричного струму, яка обумовлена розсіюванням енергії електронів провідності внаслідок коливань атомів у вузлах кристалічної ґратки і наявності дефектів кристалічної будови. Для більшості металів питомий електричний опір зазвичай визначається довжиною вільного пробігу електронів, оскільки швидкість теплового

хаотичного руху приблизно однакова для всіх металів, а концентрації вільних електронів також подібні: наприклад, для срібла – $5,9 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$, для міді – $8,5 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$, для алюмінію – $8,3 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$.

На довжину вільного пробігу електронів провідності впливає ряд факторів:

- температура провідника;
- присутність атомів домішок або легуючих елементів;
- наявність дефектів кристалічної будови (вакансій, дислокацій, пор тощо);
- внутрішні напруження внаслідок деформації.

При зростанні температури кристалічного матеріалу збільшується амплітуда коливання атомів у вузлах його кристалічної ґратки, що збільшує імовірність зіткнення з ними вільних електронів, а це, в свою чергу, зменшує рухомість електронів, знижує довжину їх вільного пробігу і призводить до зростання електроопору.

Дію інших факторів буде пояснено пізніше.

Електричні властивості матеріалів характеризуються питомим електричним опором ρ та його зворотною величиною – питомою електричною провідністю λ . Величина питомого електричного опору є фізичною константою матеріалу, визначається його структурою і не залежить від форми та розмірів об'єкта.

Для провідників з електричним опором R , площею поперечного перерізу S та довжиною l , питомий електричний опір визначається за формулою (5.1):

$$\rho = R \times \frac{S}{l} = \frac{U}{I} \times \frac{S}{l}, \quad (5.1)$$

де U – напруга, I – сила струму. Розмірність питомого електричного опору – Ом·м. В технічній літературі також користуються розмірністю Ом·см, мкОм·см.

Значення ρ для провідникових матеріалів знаходяться в межах $10^{-8} \div 10^{-4}$ Ом·м, деякі приклади наведено в таблиці 5.1 та на рисунку 5.2.

Таблиця 5.1 – Питомий електричний опір деяких матеріалів

Матеріал	ρ , Ом·м	Матеріал	ρ , Ом·м
Ag	$1,58 \cdot 10^{-8}$	Бронза	$2,6 \cdot 10^{-8}$
Cu	$1,68 \cdot 10^{-8}$	Алюмель	$33,3 \cdot 10^{-8}$
Al	$2,66 \cdot 10^{-8}$	Константан	$50 \cdot 10^{-8}$
W	$5,5 \cdot 10^{-8}$	Ніхром	$130 \cdot 10^{-8}$
Ni	$6,8 \cdot 10^{-8}$	Германій	$10^4 - 1$
Fe	$9,7 \cdot 10^{-8}$	Трансформаторна олива	10^{10}
Cr	$13,0 \cdot 10^{-8}$	Гума	$10^{11} - 10^{13}$
Ti	$89,0 \cdot 10^{-8}$	Поліетилен	$10^{14} - 10^{15}$

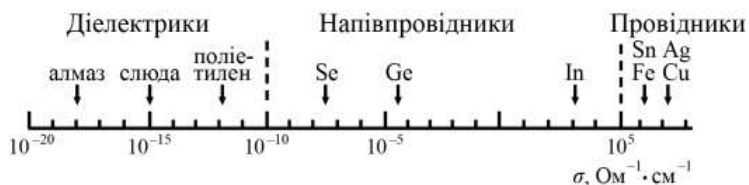


Рисунок 5.2 – Електропровідність матеріалів при 20°C

При збільшенні температури питомий опір провідникових матеріалів зростає. Це обумовлюється збільшенням амплітуди коливань атомів у вузлах кристалічної ґратки. Зміну питомого електричного опору провідників з температурою можна розрахувати за формулою:

$$\rho = \rho_0(1 + \alpha \Delta t) \quad (5.2)$$

де ρ_0 – питомий опір при температурі 0 К; t – температура; α – температурний коефіцієнт опору.

В напівпровідникових матеріалах чи електролітах питомий опір при зростанні температури зменшується, що обумовлюється збільшенням кількості носіїв електричного струму.

2.1 Питомий електричний опір чистих металів

Електричний опір чистих металів менший ніж у реальних, оскільки в реальних металах присутні різного виду порушення періодичності кристалічної ґратки, які збільшують її викривлення. Навіть незначна кількість *домішок* призводить до зростання питомого електричного опору провідника. Наприклад, питомий електричний опір чистого заліза – 9,7 мкОм·см, фериту (α -Fe + до 0,025% C) – 13 мкОм·см, додавання до фериту 1% кремнію збільшує його питомий електричний опір до 25 мкОм·см. Окрім внеску у викривлення ґратки наявність атомів домішок призводить до додаткового розсіювання енергії електронів. Встановлено, що при однаковій валентності атомів основного металу та домішки кожний додатковий атомний відсоток останньої підвищує питомий опір матеріалу на 10%. Якщо ж валентності обох типів атомів різні, то атомний відсоток домішки призводить до зростання питомого опору приблизно на порядок.

При невеликій концентрації домішок та дефектів в металі його питомий електричний опір можна визначити за правилом Матиссена:

$$\rho = \rho_{ep}(T) + \rho_{def} + \rho_{дом}, \quad (5.3)$$

де $\rho_{ep}(T)$ – опір металу з ідеальною будовою при даній температурі; ρ_{def} – опір, що обумовлюється дефектами (залишковий опір); $\rho_{дом}$ – внесок в опір від домішок.

На питомий електричний опір суттєво впливає рівень *внутрішніх напружень*, викликаний деформацією матеріалу. Ця залежність пояснюється зміною амплітуди коливань атомів у вузлах кристалічної ґратки. При розтязі амплітуда збільшується, що спричинює зростання опору внаслідок зменшення рухливості електронів та довжини їх вільного пробігу. Зменшення амплітуди коливань атомів при стисканні навпаки призводить до зниження питомого опору.

При пружному напруженні зміна питомого опору описується формулою:

$$\rho_{\sigma} = \rho_0(1 \pm \varphi\sigma), \quad (5.4)$$

де ρ_{σ} – питомий опір при механічному напруженні σ ; ρ_0 – питомий об'ємний опір металу без зовнішнього навантаження; φ – коефіцієнт механічного напруження (приблизно дорівнює $10^{-10} \div 10^{-13} \text{ Па}^{-1}$), знак «+» відповідає розтягу, а «-» – стиску.

Пластична деформація чистих металів збільшує питомий опір на 5-8 % внаслідок викривлення кристалічної ґратки, збільшення кількості дефектів та границь зерен. В твердих розчинах зростання може сягати 22-40 %. Рекристалізаційний відпал може повернути рівень питомого опору до початкового.

Оскільки найчастіше метали мають полікристалічну структуру, то розмір зерна також впливає на величину питомого електроопору. Чим менший розмір зерен, тим більша протяжність границь зерен, які повинен буде перетнути електрон, що збільшує опір.

2.2 Питомий електричний опір твердих розчинів та сплавів

Питомий електричний опір твердих розчинів, сплавів чи хімічних сполук змінюється у відповідності до правил Курнакова. Деякі приклади зміни питомого електричного опору при утворенні впорядкованих і невпорядкованих твердих розчинів та сполук наведено на рисунку 5.3.

Згідно діаграм Курнакова, побудованих в координатах «склад-властивості», якщо при сплавленні компонентів виникає механічна суміш, то зміна електроопору відбувається за прямолінійним законом (рис. 5.3, а).

Якщо компоненти формують необмежені тверді розчини, то опір змінюється криволінійно з максимумом чи мінімумом в залежності від компонентів (рис. 5.3, б). Якщо в сплаві виникають обмежені тверді розчини, то в однофазних областях діаграми електроопір змінюється

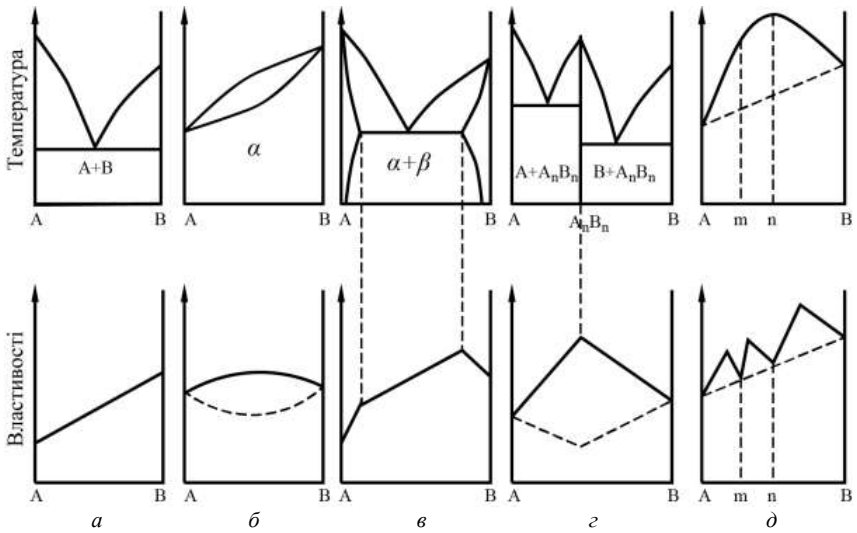


Рисунок 5.3 – Криві зміни питомого електричного опору провідників при утворенні: *a* – механічної суміші, *б* – неупорядкованого твердого розчину, *в* – обмежених твердих розчинів, *г* – хімічної сполуки, *д* – при впорядкуванні твердого розчину з утворенням електронних сполук

криволінійно, а в двофазних – прямолінійно (рис. 5.3, *в*). Якщо компоненти формують хімічну сполуку, то її складу відповідає максимум чи мінімум на кривій зміни властивостей, який називається сингулярною точкою (рис. 5.3, *г*). Такі самі зміни електроопору спостерігаються при впорядкуванні твердого розчину з формуванням інтерметалідів (рис. 5.3, *д*).

Таким чином, питомий електричний опір механічних сумішей збільшується з ростом вмісту другого компоненту приблизно пропорційно концентрації компонентів згідно виразу (5.5):

$$\rho \sim C \times (1 - C), \quad (5.5)$$

де C – атомна концентрація одного з компонентів; $(1 - C)$ – атомна концентрація іншого компонента.

Згідно правила Матиссена–Флемінга, питомий електричний опір твердого розчину визначається згідно рівняння (5.6):

$$\rho = \rho_0 + \rho', \quad (5.6)$$

де ρ_0 – питомий електричний опір основного металу; ρ' – питомий електричний опір розчинених атомів.

Для малих концентрацій розчиненого компоненту (до 5÷10%) його електричний опір:

$$\rho' = C \times \varepsilon, \quad (5.7)$$

де C – атомний вміст другого компоненту; ε – додатковий питомий електричний опір на 1 ат.% розчиненого компоненту.

В твердих розчинах на основі одновалентного розчинника (Cu, Au, Ag) ρ' розраховують за правилом Лінде, згідно якого:

$$\varepsilon = a + b \times (Z - 1)^2, \quad (5.8)$$

де Z – валентність розчиненого компоненту; a та b – константи, що залежать від природи металу-розчинника (a) та періоду, який займає розчинений метал в періодичній системі хімічних елементів (b).

В сплавах питомий опір завжди більший, ніж у кожного з компонентів окремо. Цей результат можна пояснити в межах правила Матиссена, якщо другий метал розглядати як домішку. Зростання питомого опору сплаву по відношенню до чистих компонентів підпорядковується емпіричному рівнянню Нордхейма:

$$\rho_{\text{спл}} = \rho_{\text{Me}} + Ax(1 - x), \quad (5.9)$$

де ρ_{Me} – питомий опір основного металу; x – доля іншого металу в сплаві; A – стала.

Співвідношення (5.9) достатньо точно описує зміну питомого опору у випадку неперервних твердих розчинів, в яких при зміні складу не відбувається фазових перетворень, впорядкування та жоден з компонентів не є перехідним металом.

При утворенні впорядкованих твердих розчинів (хімічних сполук, інтерметалідів тощо) рівняння Нордхейма не виконується, а згідно правила Матиссена-Курнакова спостерігається стрибок питомого електричного опору. Зазвичай електроопір зменшується внаслідок зменшення кількості вільних електронів.

Для відпалених, не текстурованих сплавів, що складаються з рівноосних достатньо великих кристалітів двох (чи більше) фаз, електропровідність яких схожа (співвідношення $0,75 \div 1,75$), електроопір змінюється гіперболічно за формулою:

$$\rho = \rho_1^p \times \rho_2^q, \quad (5.10)$$

де ρ , ρ_1 , ρ_2 – питомий опір сплаву та компонентів, відповідно; p, q – об’ємні концентрації ($p + q = 1$).

2.3 Застосування резистометричного аналізу в матеріалознавстві

Вимірювання питомого електричного опору матеріалів широко застосовують в фізичному матеріалознавстві, з метою оцінки якості термічної обробки, концентрації домішок і легуючих елементів, досконалості кристалічної ґратки, дослідження діаграми стану багатокомпонентних систем та кінетики фазових перетворень.

Ступінь чистоти відпалених металів можна визначити за результатами вимірювань електроопору при кімнатній температурі та поблизу 0 К. Вимірювання зазвичай проводять при 300 К та 4,2 К. Відношення $R_{300}/R_{4,2}$ суттєво відрізняється для різних матеріалів та при малій кількості домішок може досягати 10^5 . Приклад залежності електроопору від вмісту домішок наведено на рисунку 5.4.

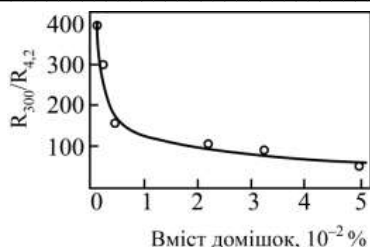


Рисунок 5.4 – Вплив сумарної кількості домішок проникнення вуглецю, азоту та кисню в залізі на рівень співвідношення $R_{300}/R_{4,2}$

Висока структурна чутливість питомого електричного опору дозволяє використовувати даний метод для дослідження майже будь-яких *структурних перетворень в металевих сплавах при термообробці*.

Наприклад, найбільш значні зміни електроопору сталей відбуваються при формуванні мартенситу та його розпаді під час відпуску. Також значні зміни опору спостерігаються і при розпаді переохолодженого аустеніту. За допомогою резистометрії неможливо встановити об'ємні долі новоутворених фаз чи складових, але моменти початку та кінця перетворень можуть бути встановлені з достатньою точністю.

Розпад пересиченого твердого розчину викликає, зазвичай, зниження електроопору, що обумовлено зниженням концентрації розчину. Такі зміни спостерігаються при відпуску загартованих сталей, штучному старінні алюмінієвих сплавів (рис. 5.5) та в багатьох інших випадках. Але при старінні деяких сплавів може спостерігатися і підвищення електричного опору, яке може бути викликане структурними перебудовами або виділенням фази з високим питомим електроопором, наприклад, карбідів.



Рисунок 5.5 – Залежність питомого електричного опору сплаву АМг8 від тривалості штучного старіння при 150°C

З використанням правила Курнакова можна за допомогою дослідження змін рівня електроопору *побудувати діаграми стану*.

3 Методики вирішення експериментального завдання та відповідне устаткування

У більшості металознавчих досліджень безпосередньо питомий електричний опір не визначають. Зазвичай порівнюють опір зразків, що відрізняються складом чи обробкою або слідкують за змінами електроопору в процесі обробки або фазових перетворень.

Електричний опір може визначатися з використанням постійного або змінного струму. Безпосередньо для вимірювань найчастіше використовують прилади постійного струму, які мають високу точність та чутливість.

Найпростішою і найдоступнішою методикою визначення електричного опору є пряме вимірювання опору з застосуванням вольтметра та амперметра. В разі необхідності проведення прецизійних досліджень користуються методиками вимірювання за допомогою мостів та потенціометрів (компенсаційний метод). Також використовуються зондові та безконтактні методики.

3.1 Методика вольтметра-амперметра при постійному струмі

Це пряма методика вимірювання опору, яка полягає у визначенні двох величин – напруги U_V і струму I_A . Опір зразка R_X розраховується за законом Ома, а після цього визначається питомий електричний опір матеріалу за формулою (5.1), виміряв попередньо геометричні розміри зразка.

Отже, зразок з невідомим електричним опором R_X включають в ланцюг, що складається з джерела струму, вольтметра V і амперметра A . Електричну схему експерименту наведено на рисунку 5.6.

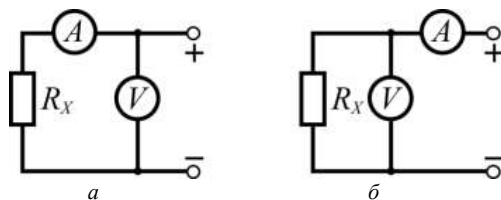


Рисунок 5.6 – Варіанти принципової електричної схеми вимірювання електроопору за методикою вольтметра-амперметра: *a* – *A*-методика, *б* – *V*-методика

Методика вольтметра-амперметра має дві модифікації. В першій модифікації амперметр включають послідовно з досліджуваним зразком, а вольтметром вимірюють падіння напруги на них (рис. 5.6, *a*). Якщо I_A та U_V – дані амперметра та вольтметра, відповідно, то електричний опір зразка дорівнює:

$$R_X = \frac{U_V}{I_A} - R_A, \quad (5.11)$$

де R_A – внутрішній опір амперметра.

Таким чином, використовуючи цей варіант методики амперметра-вольтметра, необхідно найточніше знати опір амперметра, або бути впевненим, що $R_A \ll R_X$.

В другій модифікації (рис. 5.6, *б*) вольтметр вимірює падіння напруги на зразку, а амперметр фіксує силу сумарного струму, що протікає через паралельно з'єднані вольтметр та зразок. Таким чином, електроопір зразка можна розрахувати за формулою:

$$R_X = \frac{U_V R_V}{R_V I_A - U_V}, \quad (5.12)$$

де R_V – опір вольтметра. Чим більше опір вольтметра буде перевищувати опір зразка, тим точнішими будуть отримані результати.

При аналізі обох модифікацій не враховано опір з'єднувальних провідників та контактів, які мають бути якомога меншими.

Зразки, що використовуються в металознавстві, зазвичай мають низькі значення опору. Тому в ході експериментів через них проходять значні струми. Втім падіння напруги на зразках не перевищує декількох десятків мілівольт. Тому замість вольтметрів при вимірюваннях необхідно застосовувати мілівольтметри, гальванометри або, краще за все, потенціометри.

3.2 Чотиризондова методика вимірювання електроопору провідникових та напівпровідникових зразків

Чотиризондова методика широко застосовується у лабораторній та виробничій практиці для визначення питомого електричного опору різноманітних матеріалів. Окрім високих метрологічних показників перевагою чотиризондової методики є те, що для її застосування не потрібно створювати омичні контакти до зразка та можливе достатньо експресне визначення питомого опору однорідного матеріалу в зразках різної форми і розмірів. Схему визначення питомого опору за чотиризондовою методикою наведено на рисунку 9.7.

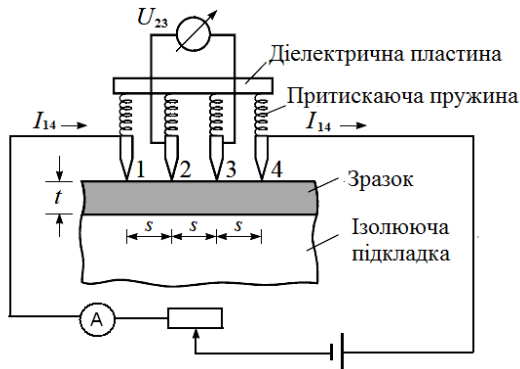


Рисунок 5.7 – Схема реалізації чотиризондової методики вимірювання електричного опору

Дана методика базується на явищі розтікання струму у точці контакту металевго вістря струмового зонда з поверхнею досліджуваного матеріалу при пропусканні струму I_{14} між двома точковими струмовими зондами з номерами 1 і 4 на цій поверхні та виникнення завдяки зазначеному процесу між двома іншими точками тієї ж самої поверхні, де встановлено два металевих вимірювальних точкових зонди з номерами 2 і 3, різниці потенціалів U_{23} , пов'язаної у разі однорідного матеріалу певним співвідношенням з його питомим електричним опором і з особливостями позиціонування системи зондів. При цьому вказані зонди встановлюються на плоску поверхню зразка зазвичай уздовж однієї прямої лінії (рис. 5.7).

Якщо товщина зразка набагато більше за відстань між зондами (тобто $t \gg S$).

За принципом суперпозиції електричний потенціал в будь-якій точці зразка дорівнює сумі потенціалів, що створюються в цій точці кожним зондом. Для зондів, відстань між якими S_1 , S_2 , S_3 потенціали вимірювальних зондів 2 та 3 будуть:

$$U_2 = \frac{I_{14}\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} \right) \quad \text{та} \quad U_3 = \frac{I_{14}\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{S_1 + S_2} - \frac{1}{S_3} \right)$$

Різниця потенціалів буде:

$$U_{23} = U_2 - U_3 = \frac{I_{14}\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2} + \frac{1}{S_3} \right)$$

Тоді питомий опір матеріалу зразка:

$$\rho = \frac{2\pi}{\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2} + \frac{1}{S_3}} \frac{U_{23}}{I_{14}}$$

Якщо зонди розташовані на одній прямій, а відстані між ними однакові, тобто $S_1 = S_2 = S_3 = S$, отримаємо:

$$\rho = 2\pi S \frac{U_{23}}{I_{14}} \quad (5.13)$$

Використовуючи інші комбінації зондів для вмикання струму та вимірювання напруги, можна отримати аналогічні вирази, які будуть відрізнятися лише значенням числового коефіцієнта. Ці значення наведено в таблиці 5.2.

Таблиця 5.2 – Значення коефіцієнту для розрахунку питомого електричного опору

№	Зонди	Струм	Зонди	Напруга	Числовий коефіцієнт
1	1–4	I_{14}	2–3	U_{23}	2π
2	1–2	I_{12}	3–4	U_{34}	6π
3	1–3	I_{13}	2–4	U_{24}	3π
4	2–3	I_{23}	1–4	U_{14}	2π
5	2–4	I_{24}	1–3	U_{24}	3π
6	3–4	I_{34}	1–2	U_{12}	6π

Якщо товщина зразка набагато менша за відстань між зондами (зазвичай $\ll 0,4 \div 0,6 S$).

В цьому випадку розтікання струму має циліндричну симетрію. Якщо зонди розташовані на одній прямій, а відстані між ними однакові, то отримаємо:

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} t \frac{U_{23}}{I_{14}} \quad (5.14)$$

Причинами виникнення похибок вимірювань питомого електричного опору за чотиризондовою методикою є:

- *поверхневі ефекти*. Під ними розуміють ефекти, викликані формуванням інверсійних чи добре провідних шарів за рахунок дії світла (фотоэффект). Це зазвичай проявляється в високоомних прошарках. Для запобігання цьому вимірювання електроопору бажано виконувати в темноті;

- *струми витоку* – для їх запобігання потрібно варіювати струм від 1 мкА до 1 мАв залежності від вимірюваного опору;

- *нагрів зразка* – підтримувати постійну кімнатну температуру і знижувати нагрів зразка за рахунок вимірюваного струму;

- *тиск зондів* – знижувати тиск до ≈ 1 Н;

- *геометричні ефекти* – співвідношення товщини зразка t і відстані між зондами S має бути більше 40, інакше потрібно вводити поправочні коефіцієнти. Всі розміри зразків необхідно вимірювати за допомогою вимірювального мікроскопу, мікрометра чи штангенциркуля.

3.3 Інші методики вимірювання електроопору зразка

Мостові методики широко застосовуються для вимірювання як малих, так і великих опорів. Використовують одинарні чи подвійні електричні мости. Перший дозволяє точно вимірювати високоомні опори, але при зменшенні опору різко збільшується похибка. Подвійний міст дозволяє точно вимірювати навіть дуже малі опори.

Компенсаційна методика базується на порівнянні падіння напруги на досліджуваному зразку та еталонному резисторі. Виконуються вимірювання за допомогою потенціометра. Точність вимірювань – до $5 \cdot 10^{-4}$ %. Визначення електричного опору зразка полягає в компенсаційному вимірюванні падіння напруги на еталонному опорі та досліджуваному зразку, через які протікає струм однакової величини. Перевага компенсаційної методики полягає в тому, що внаслідок відсутності струму в момент рівноваги опір провідників, що з'єднують зразок та еталон з потенціометром не впливає на результат. Це дозволяє

збільшити їх довжину, що особливо актуально під час вимірювань при високих температурах.

Якщо можливість виготовлення зразка у вигляді проволочи, стрічки чи тонкого стрижня відсутня, то застосовують безконтактні методи визначення електричного опору, найпоширенішими з яких є вимірювання за допомогою трансформатора або з використанням вихрових струмів.

Вихрові струми досить часто використовуються в дефектоскопії матеріалів та виробів. Величина та розподіл вихрових струмів за перерізом зразка залежать від електричних та магнітних властивостей матеріалу, форми та розмірів зразка, наявності об'ємних дефектів та форми індукційної котушки.

Якщо зразок має форму кільця, то для визначення електричного опору його ставлять замість вторинної обмотки трансформатора з роз'ємним сердечником. Первинна обмотка трансформатора намотана на середній стрижень сердечника та підключена до змінного струму.

Контрольні запитання до теми №5

1. Що таке провідникові матеріали та чим вони відрізняються від інших матеріалів?
2. Що таке питомий опір матеріалу та в яких одиницях він вимірюється?
3. Чому для передавання електроенергії використовують провідники з низьким питомим опором, а для виготовлення нагрівачів – з високим?
4. Які фактори визначають рівень питомого електричного опору матеріалу?
5. В чому сутність правила Матиссена-Флемінга?
6. Який вплив параметрів структури на питомий опір матеріалів?
7. Які існують основні методи вимірювання електричного опору матеріалів?
8. Які задачі фізичного матеріалознавства можна розв'язувати за допомогою вимірювання електричного опору матеріалу?

Практичні завдання до теми №5

1. Ознайомитись з конструкцією та принципом роботи обладнання для визначення електричного опору за різними методиками.
2. Провести вимірювання електричного опору наданих матеріалів.

Перелік літератури до теми №5

1. Методичні вказівки до лабораторних робіт з дисципліни «Фізичні властивості металів» для студентів спеціальності 6.050403 «Прикладне матеріалознавство» денної і заочної форм навчання / Укл.: Грешта В.Л., Климов О.В., Глотка О.А., Ткач Д.В. – ЗНТУ, 2010. – 82 с. –С. 16-26.

2. *Введенский В.Ю.* Физические методы исследования конструкционных наноматериалов: Учебно-методический комплекс дисциплины / В.Ю. Введенский. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2010. – 223 с. – С.104-117.

3. *Журавлёв Л.Г.* Физические методы исследования металлов и сплавов: Учебное пособие для студентов металлургических специальностей / Л.Г. Журавлёв, В.И. Филатов. – Челябинск: ЮУрГУ, 2004. – 157 с. – С.54-79.

4. Методичні вказівки до лабораторних робіт «Визначення питомого електричного опору однорідних напівпровідників і тонких напівпровідникових шарів» з розділу «Контактні та безконтактні методи визначення питомого електричного опору напівпровідників» дисципліни «Фізичні методи дослідження матеріалів» для студентів напряму підготовки 6.050801 «Мікро- та наноелектроніка» / Уклад.: Копач В.Р., Хрипунов Г.С., Кіріченко М.В., Зайцев Р.В. – Харків: НТУ «ХПІ», 2009. – 48 с.

5. *Баранов В.В.* Лабораторные работы по дисциплине «Материаловедение» для студ. спец. «Проектирование и производство РЭС», «Электронно-оптическое аппаратостроение», «Медицинская

электроника» всех форм обучения: Ч. 2 / В.В. Баранов, Г.М. Шахлевич, Е.В. Телеш. – Мн.: БГУИР, 2003. – 52 с. – С. 4-12.

6. *Федосенко Н.Н.* Свойства пленок: Практ. пособ. по вып. лаб. работ для студентов 3-го курса специальности 1-31 04 01-02 «Физика (производственная деятельность)» / Н.Н. Федосенко. – Мин. образов., Гомель: УО «ГТУ им. Ф. Скорины», 2008.– 64с. – С.48-62.

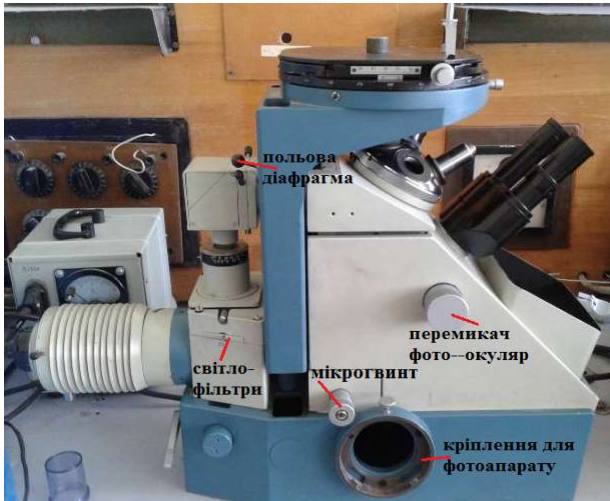
ДОДАТКИ

ДОДАТОК А

Металографічний мікроскоп ММР-2Р



a



б

Рисунок 1 – Зовнішній вигляд металографічного мікроскопа ММР-2Р: *a* – права сторона, *б* – ліва сторона.

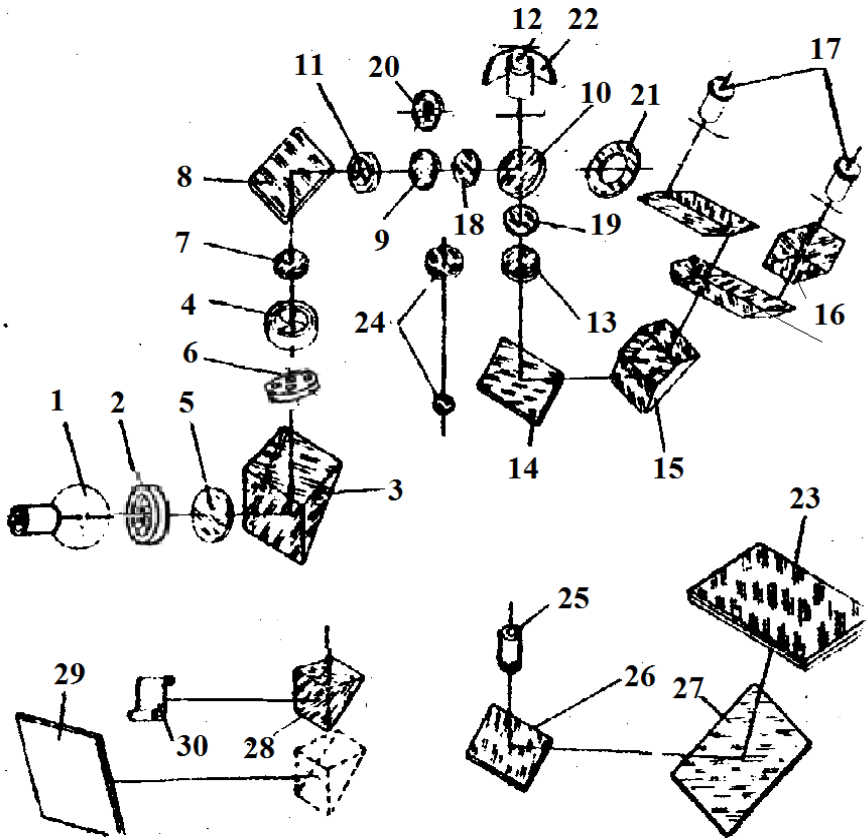
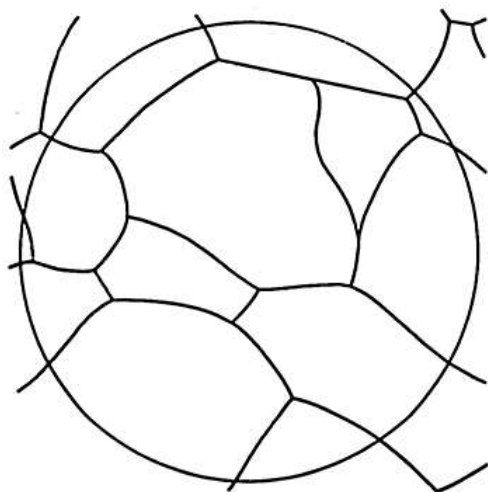


Рисунок 2 – Оптична схема мікроскопа ММР-2Р: 1 – освітлювач; 2 – колектор; 3 – призма; 4 – апертурна діафрагма; 5 – тепловий фільтр; 6 – світловий фільтр; 7 – ахроматична лінза; 8 – дзеркало; 9 – лінза світлого поля; 10 – напівпрозора пластина; 11 – польова діафрагма; 12 – об’єктив; 13 – ахроматична лінза; 14 – відбиваюча пластина; 15 – призма; 16 – розділюючі призми; 17 – бінокулярна насадка; 18 – поляризатор; 19 – аналізатор; 20 – лінза темного поля; 21 – кільцеве дзеркало; 22 – параболічне дзеркало; 23 – екран; 24 – телеоб’єктив; 25 – фотоокуляр; 26, 27 – дзеркала; 28 – призма фототубуса; 29 – фотопластинка; 30 – фотоплівка.

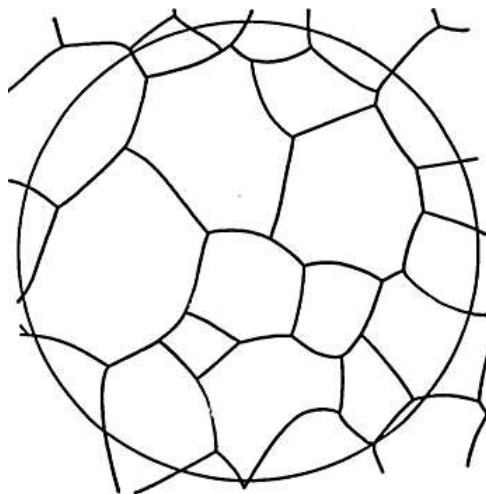
Позиції 1-17 застосовуються для формування світлопольного зображення при візуальному спостереженні, 18-19 – для поляризованого світла, 20-22 – для темного поля, 23-27 – при спостереженні зображення на екрані, 28-30 – при фотографуванні.

ДОДАТОК Б

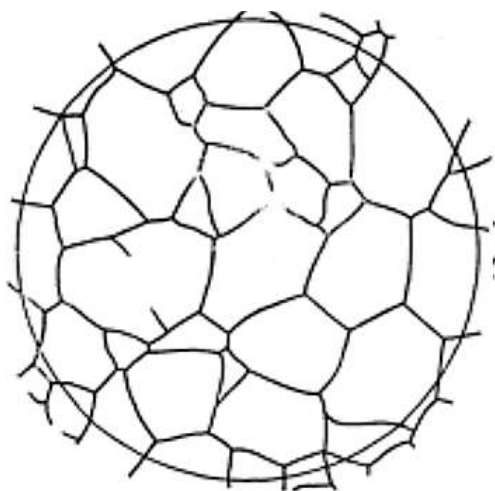
Стандартна шкала бальної оцінки розміру зерна



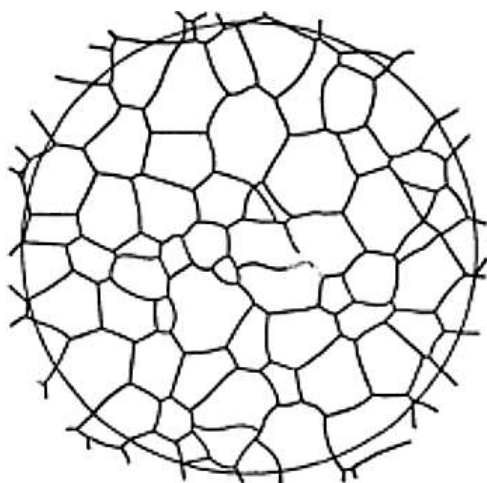
1



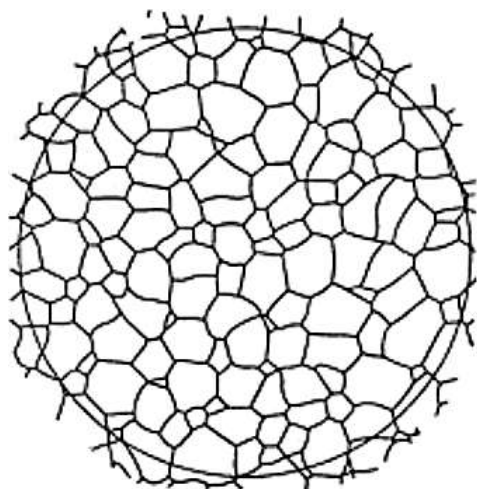
2



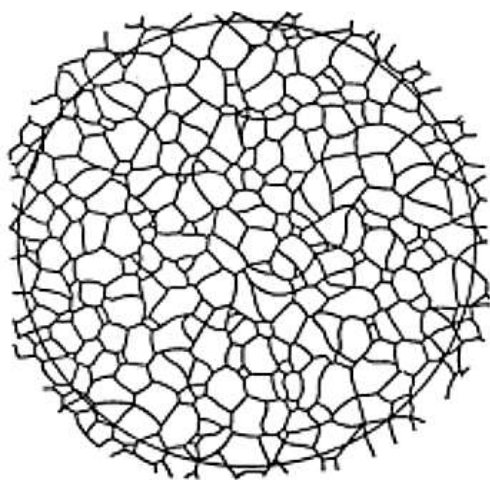
3



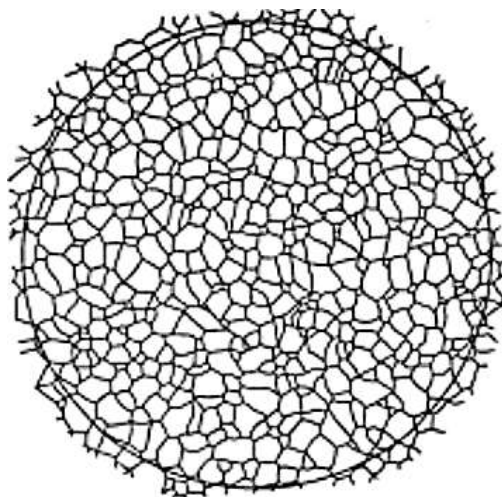
4



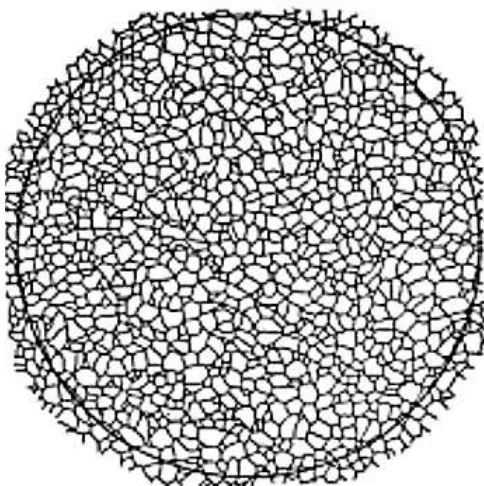
5



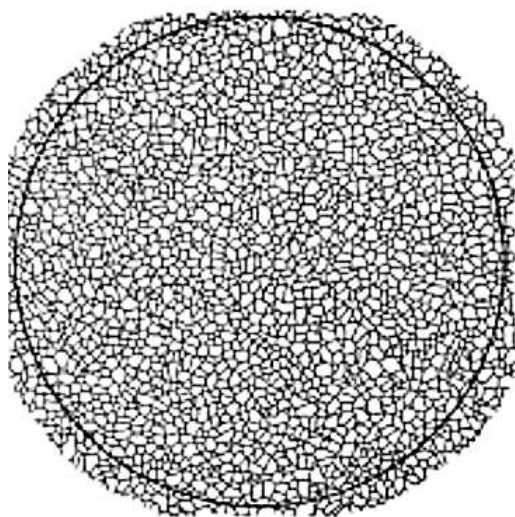
6



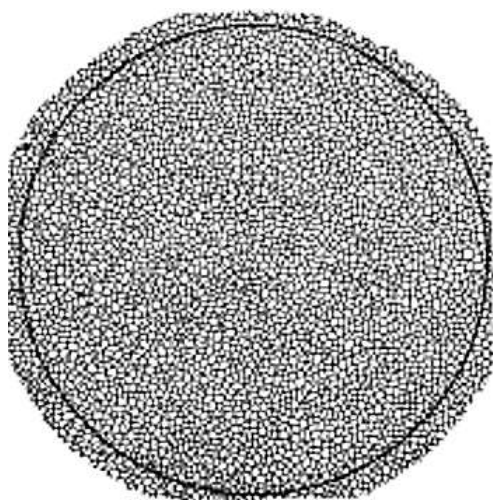
7



8



9



10

ДОДАТОК В

Обробка результатів вимірювань

Для характеристики точності визначення середніх значень в більшості випадків достатньо визначення середнього квадратичного відхилення σ_X . При n вимірюваннях величини X , яка має середнє значення, маємо:

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^n X_i / n$$

Тоді середнє квадратичне відхилення σ_X отримують за формулою:

$$\sigma_X = \left[\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n(n-1)} \right]^{1/2}$$

Значення результату слід записати у вигляді:

$$X = \bar{X} \pm t\sigma_{\bar{X}},$$

де t – коефіцієнт Стьюдента, який для різних n має наступні значення:

n	3	5	10	20
t (для надійності 0,95).....	3,18	2,57	2,23	1,96

ДОДАТОК Г

**Таблиця співвідношень між значеннями твердості,
отриманими різними способами, та границею міцності при
розтязі конструкційних сталей**

Твердість за Брінелем			Твердість за Роквеллом HR			Твердість за Віккерсом HV, $\frac{\text{кгс}}{\text{мм}^2}$	Границя міцності при розтязі, $\sigma_{т.о.}$, МПа	
Діаметр відбитка при $D = 5 \text{ мм}$	Діаметр відбитка при $D = 10 \text{ мм}$	HV, $\frac{\text{кгс}}{\text{мм}^2}$	Шкала				вуглецев а	легована
			С	А	В			
1	2	3	4	5	6	7	8	9
-	2,20	780	72	89	-	1224	-	-
-	2,25	745	70	87	-	1116	-	-
-	2,30	712	68	86	-	1022	-	-
-	2,35	682	66	85	-	941	-	-
-	2,40	653	64	84	-	868	-	-
-	2,45	627	62	83	-	804	-	-
1,25	2,50	601	60	82	-	746	-	-
1,28	2,55	578	58	81	-	694	-	-
1,30	2,60	555	56	79	-	649	-	-
1,33	2,65	534	54	78	-	606	-	-
1,35	2,70	514	52	77	-	587	-	-
1,37	2,75	495	50	76	-	551	1780	1730
1,39	2,80	477	49	76	-	534	1720	1670
1,42	2,85	461	48	75	-	502	1650	-
1,45	2,90	444	46	74	-	473	1600	1560
1,47	2,95	429	46	73	-	460	1550	1500
1,50	3,00	415	44	72	-	435	1490	1450
1,51	3,02	409	43	72	-	423	1470	1430
1,52	3,05	401	42	71	-	412	1440	1396
1,55	3,10	388	41	71	-	401	1395	1360
1,57	3,15	375	40	70	-	390	1350	1315
1,60	3,20	363	39	70	-	380	1305	1270
1,63	3,25	352	38	69	-	361	1265	1230

Продовження таблиці

1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,66	3,30	341	37	68	-	344	1225	1190
1,67	3,35	331	36	68	-	335	1195	1165
1,7	3,40	321	35	67	-	320	1155	1120
1,72	3,45	311	34	67	-	312	1115	1085
1,75	3,50	302	33	67	-	305	1085	1055
1,78	3,55	293	31	66	-	291	1055	1025
1,8	3,60	286	30	66	-	285	1030	1005
1,82	3,65	277	29	65	-	278	995	970
1,84	3,70	269	28	65	-	272	970	940
1,87	3,75	262	27	64	-	261	945	920
1,9	3,80	255	26	64	-	255	920	890
1,92	3,86	248	25	63	-	250	895	870
1,95	3,90	241	24	63	100	240	870	845
1,99	3,95	235	23	62	99	235	845	825
2,0	4,00	228	22	61	98	226	825	800
2,02	4,05	223	21	61	97	221	800	775
2,05	4,10	217	20	60	97	217	780	760
2,08	4,15	212	19	60	96	213	760	740
2,1	4,20	207	18	59	95	209	745	725
2,12	4,25	202	16	58	94	201	720	710
2,15	4,30	196	15	58	93	197	705	685
2,17	4,35	192	15	57	92	190	690	670
2,19	4,40	187	-	56	91	186	675	655
2,22	4,45	183	-	56	89	183	660	640
2,25	4,50	179	-	55	88	177	640	625
2,28	4,55	174	-	-	87	174	625	610
2,3	4,60	170	-	-	86	171	610	595
2,32	4,65	166	-	-	85	165	600	585
2,35	4,70	163	-	-	84	162	585	570
2,38	4,75	159	-	-	83	159	575	555
2,4	4,80	156	-	-	82	154	560	545
2,42	4,85	153	-	-	81	152	550	535
2,46	4,90	149	-	-	80	149	535	520

Навчальне видання

Валерія Вікторівна ХОЛЯВКО
Ігор Анатолійович ВЛАДИМИРСЬКИЙ
Олена Олексіївна ЖАБИНСЬКА

ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ МАТЕРІАЛІВ

Навчальний посібник

для студентів
напряму 132 «Матеріалознавство»
денної та заочної форм навчання

Навчальний посібник призначений для студентів, що навчаються за програмою підготовки бакалаврів за напрямом «Матеріалознавство». Основна ідея посібника полягає у наданні теоретичного підґрунтя для повноцінного опанування стандартних експериментальних методик дослідження фізичних властивостей металевих матеріалів та алгоритму кваліфікованої обробки отриманих експериментальних даних. Представлена інформація дозволить студентам заповнити прогалини в базових знаннях з фізики та краще підготуватися до виконання лабораторних робіт та контрольних заходів.

Навчальна програма дисципліни «Фізичні методи досліджень матеріалів» була оновлена в рамках TEMPUS проекту «MMATENG».

Видання може бути корисним для студентів, аспірантів та пошукачів будь-яких матеріалознавчих спеціальностей.

This tutorial was developed for the students enrolled in the «Material science» bachelor program. Basic idea of this tutorial is to provide the theoretical knowledge for a complete mastering the standard techniques of materials properties determination. Algorithms of qualified data processing were described as well. The present information will allow students to fill gaps in basic physics and to prepare for the performance of laboratory works and tests.

Training program of «Physical methods of materials investigation» discipline was upgraded in the framework of the TEMPUS «MMATENG» Project.

This publication could be useful for bachelor, master and PhD students and researchers in any material science speciality.

Учебное пособие предназначено для студентов, обучающихся по программе подготовки бакалавров по направлению «Материаловедение». Основная идея пособия заключается в предоставлении теоретической основы для полноценного овладения

стандартными методиками исследования физических свойств металлических материалов и алгоритма квалифицированной обработки полученных экспериментальных данных. Предоставленная информация позволит студентам восполнить пробелы в базовых знаниях физики и лучше подготовиться к выполнению лабораторных работ и контрольных мероприятий.

Учебная программа «Физические методы исследования материалов» была модернизирована в рамках TEMPUS проекта «MMATENG».

Издание может быть полезным студентам, аспирантам и соискателям любых материаловедческих специальностей.

НАВЧАЛЬНЕ ВИДАННЯ

Валерія Вікторівна ХОЛЯВКО
Ігор Анатолійович ВЛАДИМИРСЬКИЙ
Олена Олексіївна ЖАБИНСЬКА

ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ МАТЕРІАЛІВ

НАВЧАЛЬНИЙ ПОСІБНИК

*Для студентів вищих
навчальних закладів, які навчаються за напрямом
галузі знань 13 – Механічна інженерія
спеціальності 132 – Матеріалознавство
денної та заочної форм навчання*

Друкується в авторській редакції

Підписано до друку 19.12.2016 р. Формат 60x84 1/16.
Друк лазерний. Папір офсетний. Гарнітура Times New Roman.
Ум. друк. арк. 8,77. Тираж 300 прим.

ТОВ «Видавництво «Центр учбової літератури»
вул. Електриків, 23 м. Київ 04176
тел./факс 044-425-01-34
тел.: 044-425-20-63; 425-04-47; 451-65-95
800-501-68-00 (безкоштовно в межах України)

Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи до державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції
ДК № 4162 від 21.09.2011 р.